

Realisierung eines Blockkalibrators mit Wärmestromsensoren und integrierten Fixpunktzellen

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktoringenieur
(Dr.-Ing.)

vorgelegt der
Fakultät für Maschinenbau der
Technischen Universität Ilmenau

von Herrn
M. Sc. Michael Hohmann

Gutachter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Fröhlich, TU Ilmenau
Prof. Dr.-Ing. Olfa Kanoun, TU Chemnitz
Dr. rer. nat. Steffen Rudtsch, Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Annahme: 14.06.2016
Verteidigung: 15.12.2016

urn:nbn:de:gbv:ilm1-2016000671

Engineers like to solve problems. If there are no problems handily available, they will create their own problems. - Scott Adams

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Institut für Prozessmess- und Sensortechnik der Technischen Universität Ilmenau im Rahmen eines vom Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) geförderten Projektes, dem ich für die Bereitstellung der Finanzierung danke.

Dem Institutsleiter Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Thomas Fröhlich danke ich für die wissenschaftliche Betreuung der Arbeit, die hilfreichen Anregungen und die Bereitstellung eines angenehmen Arbeitsumfeldes.

Frau Prof. Dr.-Ing. Olfa Kanoun von der Technischen Universität Chemnitz und Herrn Dr. rer. nat. Steffen Rudtsch von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt in Berlin danke ich für die freundliche Übernahme des Korreferats.

Weiterhin möchte ich den Mitarbeitern des Instituts für den fachlichen Austausch und das stets kollegiale und freundliche Arbeitsklima danken. Besonders danke ich Herrn Dr.-Ing. Marc Schalles für die zahlreichen Diskussionen, fachlichen Ratschläge und Hinweise. Ebenfalls möchte ich Herrn Ingeniero Méchanico Sebastian Marin für die sehr gute Zusammenarbeit im Projekt und die hilfreichen Diskussionen danken. Den Herren Dipl.-Ing. Gunter Krapf, Dipl.-Ing. Michael Pufke, Dipl.-Ing. Helge Mammen und Enrico Mengs danke ich für die Unterstützung beim Entwurf der benötigten elektrischen Schaltungen und der Kalibrierung der eingesetzten Thermometer.

Herrn Egon Bott danke ich für die Hinweise in Fragen der deutschen Rechtschreibung und Grammatik.

Besonders danke ich Magdalena und Tabea für ihre Unterstützung und Geduld.

Kurzfassung

Sowohl in Kalibrierlaboratorien als auch im industriellen Umfeld werden häufig Blockkalibratoren für die Kalibrierung von Berührungsthermometern eingesetzt. Durch ihre kompakte Bauform, das geringe Gewicht und den Betrieb ohne zusätzliche Betriebsflüssigkeiten sind sie insbesondere auch für den mobilen Einsatz geeignet. Bedingt durch die Bauart dieser Geräte sind die Kalibrierunsicherheiten bei ihrer Verwendung höher als bspw. bei der Verwendung von Badthermostaten. Daher wurde in dieser Arbeit ein Konzept entwickelt, welches zwei der Haupteinflüsse auf die Kalibrierunsicherheit verringert. Dieses Konzept wurde an einem Experimentalaufbau eines Blockkalibrators im Arbeitstemperaturbereich von 70 °C bis 430 °C validiert.

Das Temperaturprofil im Ausgleichsblock des Blockkalibrators in axialer Richtung wurde durch den Einsatz einer Mehrzonenheizung homogenisiert. Zur Regelung der Heizleistungen der Zonen werden Signale von Wärmestromsensoren verwendet, um so die Wärmeströme und damit die Temperaturgradienten in axialer Richtung zu minimieren. Hierbei konnten Temperaturdifferenzen kleiner ± 55 mK auf einer Länge von 72 mm erreicht werden.

Um das interne Referenzthermometer des Blockkalibrators in-situ kalibrieren zu können, wurde eine Mehrfachfixpunktzelle in den Blockkalibrator integriert. Diese enthält die Fixpunktmaterialien Indium, Zinn und Zink. Die Fixpunkttemperaturen konnten mittels eines automatischen, modellbasierten Auswerteverfahrens mit einer Reproduzierbarkeit (2-fache Standardabweichung der Stichprobe) von 17 mK (Indium), 21 mK (Zinn) und 41 mK (Zink) bestimmt werden. Für die Darstellung der Temperatur im Blockkalibrator ergibt sich eine erweiterte Unsicherheit von 130 mK ($k = 2$) bei 430 °C.

In dieser Arbeit werden die Entwicklung des Blockkalibrators, das Funktionsprinzip und der mechanische Aufbau erläutert. Es werden zwei Bauformen von Wärmestromsensoren verglichen sowie eine Kalibriermöglichkeit für diese Sensoren dargestellt. Auf Basis von experimentellen Daten und Modellbetrachtungen wird ein Regelungskonzept entwickelt und durch Messungen hinsichtlich des dynamischen Verhaltens

und der Regelabweichungen bewertet. Das Konzept des Blockkalibrators wird mittels Messungen des Temperaturprofils und Bestimmung der Fixpunkttemperaturen der Mehrfachfixpunktzelle validiert und hinsichtlich der erreichbaren kombinierten Standardunsicherheit bewertet.

Abstract

In calibration laboratories as well as for industrial purposes often dry block calibrators are used for the calibration of contact thermometers. Due to their compact design, the low weight and the operation without additional operating liquids, these devices are especially suitable for the use in mobile applications. The design causes comparatively high uncertainties of the calibration if these devices are used for calibration of thermometers instead of e.g. liquid bath thermostats. Due to this, a concept was developed, which reduces two of the main influences on calibration uncertainty of using dry block calibrators. In this thesis, the concept was validated using an experimental dry block calibrator in the operating temperature range of 70 °C to 430 °C.

The axial temperature profile inside the homogenization block of the dry block calibrator was homogenized using a multi-zone-heater. The heating power of the zones is controlled by means of signals of heat flux sensors to minimize the heat flows and thereby the temperature gradients in axial direction. Here, temperature differences less than ± 55 mK over a distance of 72 mm were reached.

To calibrate the internal reference thermometer of the dry block in-situ, a multi-fixed-point-cell was integrated in the device. This cell contains the fixed-point materials Indium, Tin, and Zinc. The fixed-point-temperatures were measured with reproducibilities (twice the standard deviation of the sample) of 17 mK (indium), 21 mK (tin) and 41 mK (zinc) by means of an automated, model-based method. The temperature inside the dry block calibrator can be represented with an expanded uncertainty of 130 mK ($k = 2$) at 430 °C.

In this thesis, the development of the experimental dry block calibrator, the function principle and the mechanical design are explicated. Two different designs of heat flux sensors are compared and a method for the calibration of these sensors is depicted. Using experimental data and system models, a control scheme is developed and evaluated regarding its dynamic behavior and control error based on measurement data. The concept of the dry block calibrator is validated by means of measuring the temperature profile and the fixed-point-temperatures and evaluated regarding the

reachable combined standard uncertainty.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	4
2.1	Thermometrie	4
2.1.1	Thermodynamik und thermodynamische Temperatur	4
2.1.2	Internationale Temperaturskala ITS-90	5
2.2	Wärmetransport	6
2.2.1	Transportmechanismen	7
2.2.2	Wärmeleitgleichung	10
2.3	Fixpunktzellen	11
3	Stand der Technik	15
3.1	Kalibrieren von Berührungsthermometern	15
3.1.1	Kalibrierung an Temperatur-Fixpunkten	16
3.1.2	Vergleichskalibrierung	17
3.2	Blockkalibratoren	19
3.3	Bewertung des Stands der Technik	22
4	Entwicklung des Blockkalibrators	25
4.1	Zielstellung	25
4.2	Mechanischer Aufbau	26
4.3	Funktionsprinzip	29
4.4	Messgeräte und Peripherie	31
5	Wärmestromsensoren	35
5.1	Sensorprinzipien	35
5.1.1	Thermokette	36
5.1.2	Metall-Multilagen	39
5.2	Auswahl eines Sensorprinzips	45

5.3	Kalibrierung	46
5.3.1	Bestimmung der Oberflächentemperatur	47
5.3.2	Empfindlichkeitsbestimmung	49
5.3.3	Einfluss der Kontaktwiderstände	52
5.4	Einflüsse auf die Nulldetektion mit Wärmestromsensoren	54
5.4.1	Parasitäre Thermospannungen	54
5.4.2	Parasitäre Wärmeströme	56
6	Regelungskonzept	59
6.1	Modellbildung	59
6.1.1	Modellierung thermischer Systeme	60
6.1.2	Modellstruktur	61
6.1.3	Systemidentifikation	63
6.1.4	Statikmatrix	65
6.2	Dezentrale Regelung	66
6.2.1	Innerer Regler	68
6.2.2	Schildregler	69
6.2.3	Stabilität	72
7	Validierung des Blockkalibrators	74
7.1	Regelverhalten	74
7.2	Temperaturprofil	77
7.3	Phasenumwandlungen	80
7.3.1	Manuelle Bestimmung der Fixpunkttemperatur	80
7.3.2	Modellbasierte Bestimmung der Fixpunkttemperatur	83
8	Unsicherheitsbetrachtung	87
8.1	Methodik	87
8.2	Unsicherheit der Kalibrierung der Wärmestromsensoren	88
8.2.1	Bestimmung der Oberflächentemperatur	88
8.2.2	Messung des WSS-Signals	89
8.2.3	Bestimmung der Empfindlichkeit	90
8.3	Unsicherheit der Nulldetektion	91
8.4	Unsicherheit bei der Validierung des Blockkalibrators	93
8.5	Unsicherheit der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers	94

8.6	Unsicherheit der Darstellung der Temperatur im Blockkalibrator . . .	97
9	Zusammenfassung und Ausblick	99
Anhang		102
A.1	Wärmestromsensoren	102
A.2	Regelungskonzept	109
A.3	Unsicherheit	113
A.4	Firmenadressen	129
Abbildungsverzeichnis		130
Tabellenverzeichnis		134
Symbolverzeichnis		137
Abkürzungsverzeichnis		144
Literatur		146

1 Einleitung

Die Temperatur ist eine der am häufigsten gemessenen Prozessgrößen. Temperatursensoren kommen in der Medizin ebenso wie in der Energietechnik und in nahezu allen Industriefeldern, von der Halbleiterfertigung über die Petrochemie, bis zur Nahrungsmittel- und Getränkeindustrie, zum Einsatz. Der weltweite Markt für Temperatursensorik wächst nach einer aktuellen Studie [Mar16] von geschätzten 5,13 Mrd. US-Dollar im Jahr 2016 auf geschätzte 6,79 Mrd. US-Dollar im Jahr 2022. In den vielfältigen Anwendungen in Industrie und Forschung werden häufig Berührungsthermometer zur Temperaturmessung eingesetzt. In industriellen Berührungsthermometern kommen meist Thermoelemente oder Pt100-Widerstandssensoren als temperatursensitive Elemente zum Einsatz. Die Grenzwerte der Kennlinie dieser Sensoren liegen, je nach Klasse, innerhalb von durch die entsprechenden Normen [DIN09; DIN13] vorgegebenen Werten. Beispielsweise hat ein Berührungsthermometer mit einem drahtgewickelten Pt100-Sensor nach DIN 60584-1 eine zulässige Grenzwertabweichung von ± 240 mK bei 450 °C. Dies gibt die Standardunsicherheit der Thermometerkennlinie an. Bei höheren Anforderungen an die Unsicherheit der Kennlinie müssen die Berührungsthermometer kalibriert werden. Je nach Anwendungsfall kann eine erneute Kalibrierung nach einer gewissen Zeit notwendig sein, um eine eventuell aufgetretene Drift der Thermometerkennlinie feststellen und korrigieren zu können. Sowohl im industriellen Umfeld als auch in Kalibrierlaboratorien werden häufig Blockkalibratoren (Abb. 1.1) zur Kalibrierung von Berührungsthermometern eingesetzt. Ihre Verbreitung lässt sich anhand ihres Einsatzes in den durch die Deutsche Akkreditierungsstelle (DAkkS) akkreditierten Kalibrierlaboratorien verdeutlichen. Von den rund 50 von der DAkkS für die Kalibrierung von Widerstandsthermometern oberhalb von 250 °C akkreditierten Stellen [DAk16] setzen 19 Laboratorien Blockkalibratoren und 21 Laboratorien Badthermostate für die Kalibrierung ein. Eine Verbesserung der Eigenschaften dieser Geräte kann somit Vorteile für einen nicht unerheblichen Anteil der für die Kalibrierung von Berührungsthermometern verwendeten Gerätetechnik bringen.

Blockkalibratoren verfügen über einen Ausgleichsblock aus Metall mit einer Heizeinrichtung, in den das zu kalibrierende Thermometer (Prüfling) eingebracht wird. Mittels des Blockkalibrators können Prüflinge auf definierte Temperaturen gebracht werden, an welchen sie kalibriert werden können. Die Unsicherheit der Kalibrierung hängt im Wesentlichen von der Unsicherheit der Darstellung der Temperatur im Blockkalibrator ab. Diese setzt sich wiederum aus verschiedenen Beiträgen zusammen, im Wesentlichen aus

1. dem Beitrag durch die Unsicherheit der Kalibrierung des Referenzthermometers im Blockkalibrator und
2. dem Beitrag durch die Temperaturverteilung im Ausgleichsblock.

Als Referenzthermometer im Blockkalibrator kann der eingebaute Regelfühler dienen. Dieser befindet sich meist an der Außen- oder Unterseite des Ausgleichsblocks und wird vor der Auslieferung des Blockkalibrators kalibriert. Im Verlauf des Einsatzes des Blockkalibrators kann die Kennlinie des Regelfühlers, wie bei allen Thermometern, bedingt durch Alterungseffekte und thermische Belastungen driften. Hier sind Driften von mehreren Kelvin pro Jahr möglich. Dadurch kommt es zu einer systematischen Abweichung zwischen der angezeigten (eingeregelten) und der tatsächlich im Blockkalibrator vorhandenen Temperatur. Der Einfluss der Kennliniendrift kann durch regelmäßige Kalibrierungen des Regelfühlers minimiert werden. Bedingt durch die Einbausituation gestaltet sich dies jedoch schwierig und ist mit höheren Unsicherheiten behaftet als die Kalibrierung eines externen Referenzthermometers. Um die Unsicherheit der Messung der Temperatur im Blockkalibrator zu verringern, wird daher ein externes Referenzthermometer

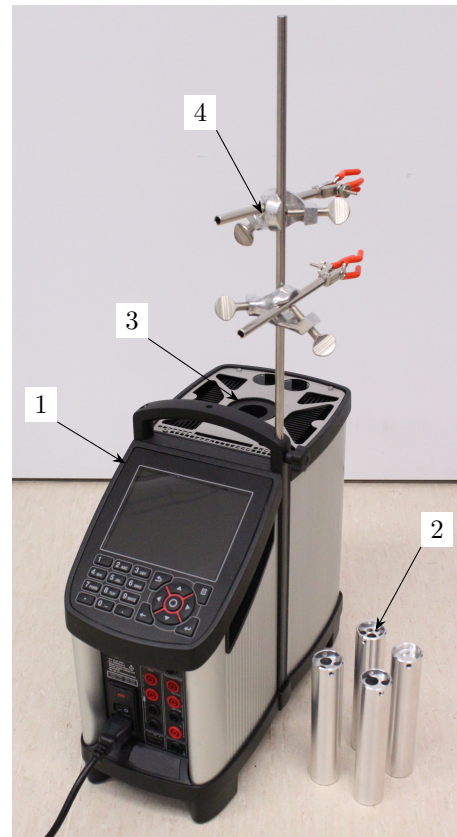


Abbildung 1.1: Beispiel eines am Institut für Prozessmess- und Sensortechnik vorhandenen Blockkalibrators (1) mit verschiedenen Einsätzen (2) für den Ausgleichsblock (3) und Vorrichtungen für die Prüflingsaufnahme (4).

eingesetzt. Die von diesem Referenzthermometer gemessene Temperatur stimmt jedoch nur mit der Temperatur des Prüflings überein, wenn der Temperaturgradient im Ausgleichsblock im Bereich um die beiden Thermometer null und die Wärmeableitung entlang der Thermometer gleich oder vernachlässigbar ist. Dies ist in der Realität nicht der Fall. Bedingt durch die Wärmetransportvorgänge im Ausgleichsblock bildet sich eine Temperaturverteilung aus, wodurch die Temperaturmessung ortsabhängig wird.

In dieser Arbeit wird daher ein Konzept entwickelt und untersucht, mit welchem die Hauptbeiträge der Unsicherheit bei der Kalibrierung mit Blockkalibratoren im Temperaturbereich von 70 °C bis 430 °C reduziert werden. Hierzu wird ein Blockkalibrator aufgebaut, bei dem Prüfling und Referenzthermometer coaxial angeordnet sind. Durch diese Anordnung werden die Einflüsse von radialen Temperaturgradienten auf die Kalibrierung minimiert. Die axialen Temperaturgradienten im Ausgleichsblock werden minimiert, indem eine Mehrzonenheizung mit Wärmestromsensoren eingesetzt wird. Dadurch ist es möglich, das Temperaturfeld im Ausgleichsblock zu homogenisieren, wodurch axiale Temperaturdifferenzen kleiner ± 55 mK realisiert werden können. Das Referenzthermometer ist fest eingebaut und kann in-situ mittels einer in den Ausgleichsblock integrierten Mehrfachfixpunktzelle kalibriert werden.

2 Grundlagen

Die für die Entwicklung und Untersuchung des Blockkalibrators benötigten theoretischen Grundlagen umfassen insbesondere die Temperaturmessung, physikalische Modelle des Wärmetransportes sowie die Funktionsweise von Fixpunktzellen. Diese werden im folgenden Kapitel erläutert.

2.1 Thermometrie

Das Wissenschaftsgebiet der Temperaturmessung wird auch als Thermometrie bezeichnet. Sie umfasst neben der Gerätetechnik zur Temperaturmessung auch die Kalibriertechnik für Temperatursensoren und Thermometer und die Darstellung der Temperatur in der Internationalen Temperaturskala ITS-90.

2.1.1 Thermodynamik und thermodynamische Temperatur

Die Thermodynamik beschreibt zwei für die Thermometrie wesentliche Gesetze: den Nullten Hauptsatz der Thermodynamik und den Zweiten Hauptsatz der Thermodynamik [Bae05]. Der Nullte Hauptsatz sagt aus, dass zwei im thermischen Gleichgewicht stehende Körper die selbe Temperatur haben. Dieser Zusammenhang bildet die Grundlage der Temperaturmessung mit Berührungsthermometern, da deren Sensoren nur ihre eigene Temperatur messen. Durch den Nullten Hauptsatz wird ein Rückschluss auf die Temperatur des Messobjektes möglich. Voraussetzung hierfür ist, dass das Thermometer das Messobjekt möglichst wenig beeinflusst. Diese Beeinflussung ist die Rückwirkung der Messung, im Idealfall ist die Messung rückwirkungsfrei. Der Zweite Hauptsatz der Thermodynamik ist von Bedeutung, da sich aus ihm die Existenz des Absoluten Nullpunktes der Temperatur ableitet. Mit diesem Punkt (0 K) und der thermodynamischen Temperatur des Tripelpunktes des Wassers (Gleichgewicht zwischen fester, flüssiger und gasförmiger Phase, $\Theta_{\text{WTP}} = 273,16 \text{ K}$ [Stö10, S. 668]) werden die Skala der thermodynamischen Temperatur Θ und ihre Einheit,

die SI-Einheit Kelvin (Formelzeichen K), definiert (2.1) [Bae05, S. 38].

Der unrunde Wert der Temperatur des Wassertripelpunktes ist der historischen Entwicklung der Temperaturskalen geschuldet. Vor der Definition des Kelvin wurde bereits die Einheit Grad Kelvin ($^{\circ}\text{K}$) verwendet, welche ebenso wie das Grad Celsius ($^{\circ}\text{C}$) definiert ist als der hundertste Teil der Temperaturdifferenz zwischen dem Siede- und dem Erstarrungspunkt des Wassers [Bae05, S. 38].

$$1 \text{ K} := \frac{\Theta_{\text{WTP}}}{273,16} \quad (2.1)$$

Die thermodynamische Temperatur kann nur durch Primärmessverfahren [Ber14, S. 23; Stö10, S. 574] bestimmt werden, wobei die nationalen metrologischen Staatseinstitute, z.B. die PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt) in Deutschland, hauptsächlich Strahlungs- und Gasthermometer einsetzen [PTB14].

2.1.2 Internationale Temperaturskala ITS-90

Da die Temperaturmessung mittels Primärverfahren wie dem Gasthermometer aufwändig zu realisieren ist, wird seit Beginn des 20. Jahrhunderts an einer Temperaturskala für den praktischen Gebrauch gearbeitet. Deren aktuelle Version, die ITS-90 (International Temperature Scale of 1990), beschreibt, wie die thermodynamische Temperatur durch praktisch zu realisierende Stützstellen mit entsprechenden Unsicherheiten zu approximieren ist [Pre90]. Weiterhin ist festgelegt, wie die Interpolation zwischen diesen Stützstellen zu erfolgen hat, d. h. welche Geräte und welche Kennliniengleichungen dafür zu verwenden sind. Als Stützstellen werden die Temperaturen thermodynamischer Gleichgewichte zwischen den verschiedenen Phasen hochreiner

Tabelle 2.1: Definierende Fixpunkte der ITS-90 im Temperaturbereich von 0°C bis 420°C [Pre90]. SP kennzeichnet die Phasenumwandlung fest-flüssig (Schmelzpunkt), EP die Phasenumwandlung flüssig-fest (Erstarrungspunkt) und TP den Tripelpunkt.

T_{90} / K	$\vartheta_{90} / ^{\circ}\text{C}$	Phasenumwandlung	Material
273,16	0,01	TP	Wasser (H_2O)
302,9146	29,7646	SP	Gallium (Ga)
429,7485	156,5985	EP	Indium (In)
505,078	231,928	EP	Zinn (Sn)
692,677	419,527	EP	Zink (Zn)

Stoffe verwendet. Diese sog. Fixpunkte werden bei Normaldruck (101,325 kPa) durch den Schmelz- oder Erstarrungspunkt verschiedener Metalle und den Tripelpunkt des Wassers und einiger Gase realisiert.

In der vorliegenden Arbeit bezeichnen Temperaturen mit Index 90 die ITS-90-Temperaturen (T_{90} in K, ϑ_{90} in °C) und Temperaturen ohne Index Temperaturen ohne direkten Bezug zur ITS-90 (T in K, ϑ in °C). Die Umrechnung zwischen Temperaturen in Kelvin und Temperaturen in Grad Celsius erfolgt durch Gl. (2.2).

$$\frac{\vartheta}{^{\circ}\text{C}} = \frac{T}{\text{K}} - 273,15 \quad (2.2)$$

In dem für die vorliegende Arbeit relevanten Temperaturbereich von 0 °C bis 430 °C legt die ITS-90 als Stützstellen neben dem Tripelpunkt des Wassers vier Schmelz- und Erstarrungspunkte von Metallen fest (siehe Tab. 2.1). Die Interpolation zwischen diesen Fixpunkten erfolgt mittels eines SPRT (Standard Platinum Resistance Thermometer) genannten Normalthermometers [Pre90].

Industrielle Platin-Widerstandsthermometer, wie sie in der vorliegenden Arbeit im Blockkalibrator verwendet werden, werden in Vergleichskalibrierungen gegen ein SPRT oder in einer Fixpunktzelle kalibriert (vgl. Abschnitte 3.1.2 und 3.1.1). Ihre Widerstands-Temperatur-Kennlinie ist im Temperaturbereich von 0 °C bis 850 °C gemäß Gl. (2.3) definiert [DIN09]. Zur Kalibrierung eines industriellen Platin-Widerstandsthermometers werden damit mindestens drei Messwerte $R(\vartheta)$ benötigt [DAk10].

$$R(\vartheta) = R_0 (1 + A \vartheta + B \vartheta^2) \quad (2.3)$$

$$A = 3,9083 \times 10^{-3} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$$

$$B = -5,775 \times 10^{-7} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-2}$$

2.2 Wärmetransport

Die Beschreibung der physikalischen Vorgänge des Wärmetransportes bildet die Grundlage für die Auslegung und Modellierung des Blockkalibrators. Für die Temperaturmessung ist sie ebenfalls von Bedeutung, da sich mit der Kenntnis des Wärmetransportes thermische Fehlereinflüsse auf die Temperaturmessung identifizieren,

modellieren und korrigieren lassen.

2.2.1 Transportmechanismen

Es existieren drei Mechanismen des Wärmetransportes, dessen Antrieb immer ein Temperaturgradient ist: Konvektion, Strahlung und Wärmeleitung [Bae08, S. 2]. Gemäß des Zweiten Hauptsatzes der Thermodynamik fließt Wärme immer von dem System mit höherer Temperatur zu dem System mit niedrigerer Temperatur [Bae08, S. 108]. Neben dieser Gemeinsamkeit gelten für die drei Transportmechanismen unterschiedliche mathematische Beschreibungen und Geltungsbereiche. Die folgenden Gleichungen werden für die jeweilige Wärmestromdichte \dot{q} aufgestellt, der jeweilige Wärmestrom \dot{Q} ergibt sich durch Integration der Wärmestromdichte über die durchströmte Fläche.

Konvektion Der Wärmetransport durch Konvektion erfolgt zwischen der Oberfläche von Festkörpern und dem umgebenden Fluid (Abb. 2.1) und wird für den linearen Fall durch Gl. (2.4) beschrieben [Bae08, S. 11]. Der Proportionalitätsfaktor α zwischen der Differenz der Oberflächentemperatur des Festkörpers T_O und der Temperatur des Fluids T_F und der konvektiven Wärmestromdichte \dot{q}_K heißt Wärmeübergangskoeffizient und ist im allgemeinen nichtlinearen Fall temperaturabhängig.

$$\dot{q}_K = \alpha (T_F - T_O) \quad (2.4)$$

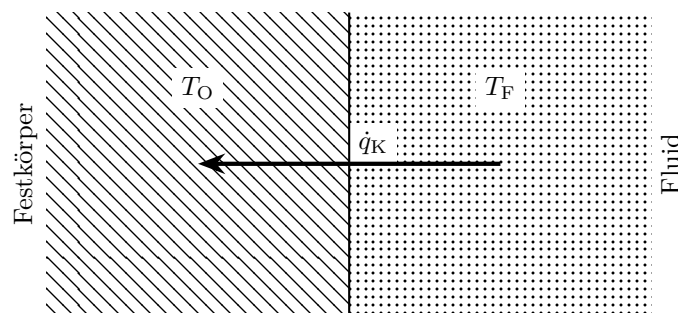


Abbildung 2.1: Schema des Wärmetransportes durch Konvektion zwischen Fluid der Temperatur T_F und Festkörper mit der Oberflächentemperatur T_O , $T_F > T_O$.

Dieser kann beispielsweise experimentell durch Messungen mit einem α -Kalorimeter [Ber14, S. 210] oder theoretisch anhand von Bemessungsgleichungen [Kab06, Abschnitt Fa] bestimmt werden. Der Wärmeübergangskoeffizient ist die Größe mit der

größten Unsicherheit bei der Berechnung des konvektiven Wärmetransportes; oft ist eine verlässliche Angabe nicht möglich. Tabelle 2.2 zeigt die Größenordnung des Wärmeübergangskoeffizienten, differenziert nach Medium und Strömungsverhältnissen, d.h. freie oder erzwungene Konvektion.

Tabelle 2.2: Typische Werte (Größenordnungen) des Wärmeübergangskoeffizienten α [Inc02, S. 8].

Wärmeübergang	α / $\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$
Freie Konvektion in Gasen	2 bis 25
Freie Konvektion in Flüssigkeiten	50 bis 1000
Erzwungene Konvektion in Gasen	25 bis 250
Erzwungene Konvektion in Flüssigkeiten	100 bis 20 000

Strahlung Der Wärmetransport durch Strahlung kann zwischen Volumenstrahlern und Oberflächen erfolgen und ist unter anderem von den jeweiligen geometrischen Verhältnissen abhängig. Der Strahlungswärmetransport benötigt kein Übertragungsmedium. Die hier gezeigte Gleichung (2.5) für die Strahlungswärmestromdichte \dot{q}_S leitet sich aus dem Stefan-Boltzmann-Gesetz ab und gilt nur für ideale Verhältnisse, d.h. einen Strahler der Temperatur T_S , der von der Umgebung der Temperatur T_U voll-

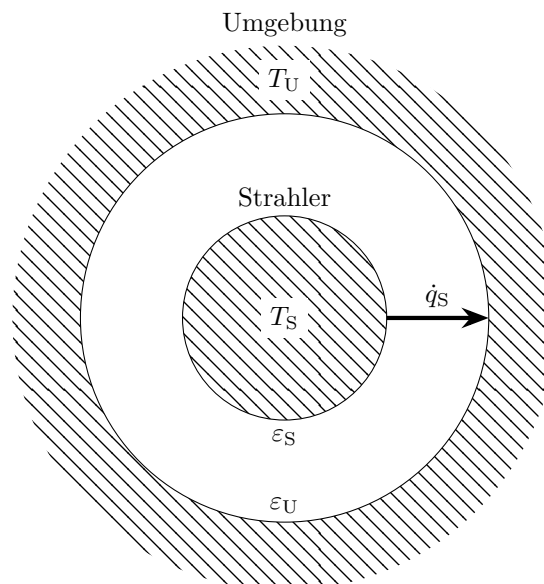


Abbildung 2.2: Schema des Wärmetransportes durch Strahlung zwischen Strahler der Temperatur T_S und Umgebung der Temperatur T_U bei theoretischen idealen Verhältnissen, $T_S > T_U$.

ständig umschlossen wird (Abb. 2.2) [Bae08, S. 31]. Die Größe σ ist die Stefan-Boltzmann-Konstante; sie hat den Wert $\sigma = (5,670\,367 \pm 0,000\,013) \times 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4}$ [NIS15]. Der Wert der dimensionslosen Größe Emissionsgrad ε hängt von den Oberflächeneigenschaften des Strahlers bzw. der Umgebung ab und ist im Allgemeinen temperatur-, richtungs- und wellenlängenabhängig. Sind Strahler und Umgebung schwarze Körper, hat ε jeweils den Wert 1 [Stö10, S. 693, S. 733].

$$\dot{q}_S = \sigma (\varepsilon_S T_S^4 - \varepsilon_U T_U^4) \quad (2.5)$$

Wärmeleitung Dem Wärmetransport durch Wärmeleitung kommt in dieser Arbeit eine besondere Bedeutung zu. Die Gleichung, welche die Wärmeleitung beschreibt, heißt Fourier'sches Gesetz (2.6). Sie zeigt, dass die Wärmestromdichte \vec{q}_L im Inneren eines festen Körpers ein Vektorfeld und von den Temperaturgradienten im Körper abhängig ist [Bae08, S. 4]). Der Proportionalitätsfaktor λ heißt Wärmeleitfähigkeit und ist eine im Allgemeinen temperaturabhängige Materialeigenschaft.

$$\vec{q}_L = -\lambda \nabla T \quad (2.6)$$

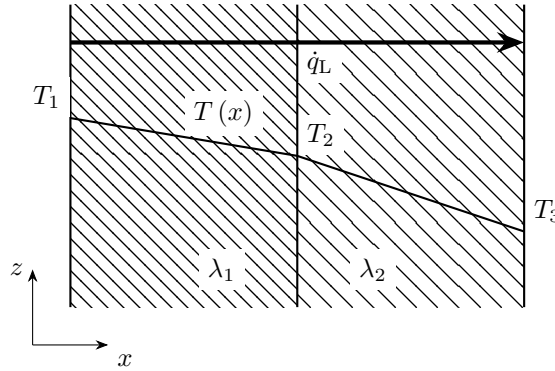


Abbildung 2.3: Schema des Wärmetransportes durch Wärmeleitung im eindimensionalen Fall für in z -Richtung unendlich ausgedehnte Körper mit den Wärmeleitfähigkeiten λ_1 und λ_2 , $T_1 > T_2 > T_3$ und $\lambda_1 > \lambda_2$.

Das Fourier'sche Gesetz zeigt den Zusammenhang zwischen Wärmeströmen und Temperaturgradienten in einem Festkörper für den statischen Fall. Es zeigt auch, dass keine Temperaturgradienten in einer Koordinatenrichtung vorhanden sind, wenn in dieser Koordinatenrichtung der Wärmestrom Null ist. Dieser Zusammenhang ist wesentlich für das Funktionsprinzip des Blockkalibrators (siehe Abschnitt 4.3).

2.2.2 Wärmeleitgleichung

Die Wärmeleitgleichung (2.7) ist eine partielle Differentialgleichung und leitet sich aus der Kombination des Fourier'schen Gesetzes (2.6) mit dem Ersten Hauptsatz der Thermodynamik ab [Bae08, S. 118]. Sie ist ein mathematisches Modell der physikalischen Vorgänge des Wärmetransportes und bildet die Grundlage für analytische und numerische Berechnungen von Wärmetransportvorgängen und Temperaturfeldern. Durch sie werden zusätzlich zur Wärmeleitung auch die Vorgänge der Energiespeicherung im System beschrieben. Sie bildet damit nicht nur das statische, sondern auch das dynamische Verhalten des Systems ab.

$$\varrho(T, \vec{x}) c(T, \vec{x}) \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla [\lambda(T, \vec{x}) \nabla T] + P(T, \vec{x}, t) \quad (2.7)$$

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \nabla^2 T + \frac{P(T, \vec{x})}{\varrho c} \quad (2.8)$$

ϱ	- Dichte in kg m^{-3}	c	- Spez. Wärmekapazität in $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
T	- Temperatur in K	λ	- Wärmeleitfähigkeit in $\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
\vec{x}	- Ortsvektor in m	P	- Innere Wärmeproduktion in W
t	- Zeit in s	a	- Temperaturleitfähigkeit in $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$

Eine analytische Lösung der Wärmeleitgleichung ist in der Regel nur für einfache Geometrien sowie unter Annahme von konstanten, homogenen und isotropen Materialeigenschaften möglich. Gleichung (2.7) vereinfacht sich mit diesen Annahmen und mit der Einführung der Temperaturleitfähigkeit $a = \frac{\lambda}{\varrho c}$ zu Gl. (2.8), einer parabolischen partiellen Differentialgleichung.

Diese Gleichung lässt sich für den stationären, mehrdimensionalen Fall nur für bestimmte Randbedingungen und einfache Geometrien, für den instationären mehrdimensionalen Fall nur für (theoretische) halbbunendliche Körper analytisch lösen [Gri90; Lie08]. In der Regel nutzt man bei zwei- und dreidimensionalen Problemstellungen die Finite-Elemente-Methode (FEM), bei der die Geometrie in eine ausreichende Anzahl entsprechend kleiner Elemente zerlegt wird. Die Wärmeleitgleichung wird anschließend numerisch gelöst [Gro09].

Ein anderer, in der Modellierung von Wärmetransportvorgängen verbreiteter Ansatz zur Approximation der durch die Wärmeleitgleichung beschriebenen Vorgänge, ist die elektrothermische Analogie [Gri90]. Hierbei unterteilt man den betrachteten

Körper in mehrere Bereiche, denen eine ihrer geometrischen und physikalischen Eigenschaften entsprechende Wärmekapazität zugeordnet wird. Innerhalb dieser Bereiche werden homogene und isotrope Materialeigenschaften sowie ein gradientenfreies Temperaturfeld angenommen. Zwischen den Massenschwerpunkten dieser Bereiche wird eindimensionale Wärmeleitung angenommen, die sich mittels des Fourier'schen Gesetzes (2.6) in der Formulierung für eindimensionalen Wärmetransport beschreiben lässt (2.9).

$$\dot{Q} = \frac{\lambda A}{l} \Delta T = \frac{\Delta T}{R_{\text{th}}} \quad (2.9)$$

Der thermische Widerstand R_{th} ergibt sich analog zum elektrischen Widerstand entsprechend Gl. (2.9) aus der Wärmeleitfähigkeit λ , der Strecke zwischen den Massenschwerpunkten benachbarter Wärmekapazitäten l und der vom Wärmestrom \dot{Q} durchströmten Fläche A . Zusätzlich stellen der elektrische Strom das Analogon zum Wärmestrom, die elektrische Spannung (Potentialdifferenz) das Analogon zur Temperaturdifferenz ΔT und die elektrische Kapazität das Analogon zur Wärmekapazität dar. Somit ergibt sich ein RC-Netzwerk als Modell der Wärmetransportvorgänge im betrachteten Körper, welches sich mit Hilfe der Kirchhoff'schen Gesetze beschreiben lässt. Dadurch ist eine Approximation des statischen und des dynamischen Verhaltens eines thermischen Systems mit einem analytischen Modell möglich.

2.3 Fixpunktzellen

In Fixpunktzellen werden Phasenübergänge erster Ordnung [Stö10, S. 654] von Reinstoffen genutzt, um bekannte und während der Kalibrierung konstante Temperaturen bereitzustellen. Gemäß der Gibbs'schen Phasenregel (2.10) hat ein System mit N Komponenten und Φ Phasen f Freiheitsgrade in den intensiven Zustandsgrößen (Temperatur, Druck, Dichte, ...) [Bae05, S. 262]. Somit hat ein System aus einer Komponente, bspw. einem Reinstmetall, während der Phasenumwandlung fest/flüssig oder flüssig/fest nur einen Freiheitsgrad. Im Fall der Fixpunktzellen ist die interessierende Zustandsgröße die Temperatur, die somit nur von einer weiteren intensiven Zustandsgröße abhängt. Meist wird der Druck als weiterer Freiheitsgrad berücksichtigt.

$$f = N + 2 - \Phi \quad (2.10)$$

Hinsichtlich der Bauform unterscheidet man offene und geschlossene Zellen [Ber14, S. 505]. Bei letzteren wird das Fixpunktmaterial gasdicht in der Fixpunktzelle eingeschlossen, so dass sich bei der Fixpunkttemperatur ein konstanter Innendruck einstellt. Damit soll eine Verunreinigung des Fixpunktmaterials und somit eine Veränderung der Fixpunkttemperatur über die Lebensdauer der Zelle verhindert werden. Offene Zellen sind dagegen einfacher herzustellen und zu betreiben. Bei diesen muss der Einfluss des Druckes auf die Fixpunkttemperatur rechnerisch korrigiert werden, wohingegen geschlossene Zellen gegen Zellen mit Druckmesseinrichtung und -regelung kalibriert werden müssen.

$$\Delta U = Q - p \Delta V \quad (2.11)$$

$$\Delta H = \Delta U + p \Delta V \quad (2.12)$$

$$\Delta H = Q \quad (2.13)$$

- ΔU - Änderung der inneren Energie J
- Q - Während der Zustandsänderung übertragene Wärmemenge in J
- p - Druck in N m^{-2}
- ΔV - Volumenänderung in m^3
- ΔH - Enthalpieänderung in J

Im thermodynamischen Sinn stellt das Phasenumwandlungsmaterial in der Fixpunktzelle ein ruhendes, geschlossenes System [Bae05, S. 74] dar, wofür sich der Erste Hauptsatz der Thermodynamik entsprechend Gl. (2.11) formulieren lässt. Die Volumenänderungsarbeit $-p \Delta V$ lässt sich mit der Änderung der inneren Energie zur Enthalpieänderung zusammenfassen (2.12). Somit entspricht die Enthalpieänderung der dem System zugeführten oder entnommenen Wärmemenge (2.13). Da in der Thermodynamik nur Enthalpieänderungen bilanziert werden, wurde für Stoffwerte ein Bezugswert festgelegt. Dieser liegt bei $\vartheta = 25^\circ\text{C}$ und $H = 0 \text{ J}$.

$$H \approx U = m c T \quad (2.14)$$

Bei Festkörpern und Flüssigkeiten ist bei kleinen Temperaturänderungen die Volumenänderung vernachlässigbar, die Enthalpie entspricht damit der inneren

Energie [Gel06, S. 90]. Die innere Energie eines Systems wird von der Temperatur T , der Masse m und der spezifischen Wärmekapazität c bestimmt (2.14).

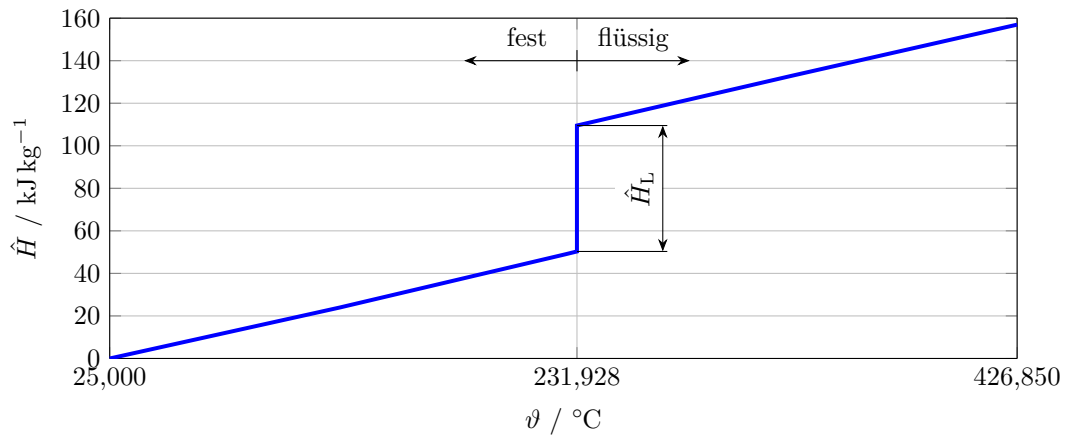


Abbildung 2.4: Spezifische Enthalpie \hat{H} von Zinn als Funktion der Temperatur mit Enthalpiesprung von $59,212 \text{ kJ kg}^{-1}$ bei der Temperatur der Phasenumwandlung (Fixpunkt, $\vartheta_{\text{FP}} = 231,928 ^\circ\text{C}$). Tabellierte Daten (molar) vom Bezugswert bis $426,850 ^\circ\text{C}$ aus [Bar89], Umrechnung mit Werten aus [NIS15; Car08].

Im Verlauf der temperaturabhängigen spezifischen Enthalpie \hat{H} eines Stoffes, in Abb. 2.4 am Beispiel Zinn gezeigt, ist ein Sprung bei der Temperatur der Phasenumwandlung zu erkennen. Die Differenz der Enthalpie zwischen festem und flüssigem Zustand \hat{H}_L entspricht der spezifischen Schmelzenthalpie und wird auch als spezifische Latente Wärme bezeichnet. Nach Gl. (2.14) entspricht der Vorgang der Phasenumwandlung einer unendlich großen Wärmekapazität. Eine Wärmezufuhr (2.13) führt daher nur zu einer Erhöhung der Enthalpie, nicht der Temperatur. Bei der Erwärmung einer Fixpunktzelle bildet sich ein sog. Phasenumwandlungsplateau (Abb. 2.5) nahezu konstanter Temperatur aus. In diesem Plateau können auf Basis unterschiedlicher Methoden Fixpunkttemperaturen ermittelt und zur Kalibrierung von Thermometern genutzt werden (vgl. Abschnitt 7.3). Das Temperaturfeld innerhalb des Phasenumwandlungsmaterials ist nicht homogen, wodurch es zu einer durch das Volumen wandernden Phasenumwandlungsfront kommt. Bei der Phasenumwandlung flüssig-fest spielen weitere Effekte eine Rolle [Por00, S. 185], die bei den meisten Materialien zu einer Unterkühlung führen. Hier sinkt die Temperatur zunächst unter die Fixpunkttemperatur, worauf die Phasenumwandlung einsetzt und die Temperatur wieder ansteigt (Abb. 2.5).

Wie in Abb. 2.5 zu erkennen ist, unterscheiden sich Schmelz- und Erstarrungs-

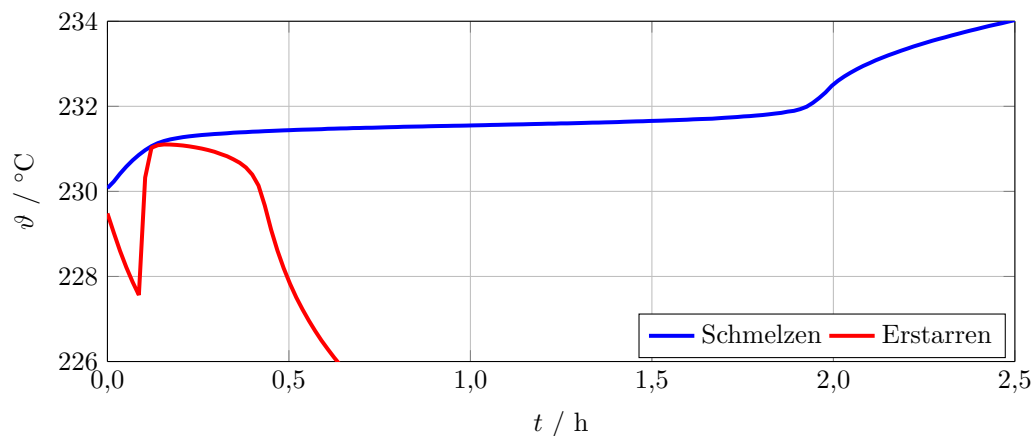


Abbildung 2.5: Exemplarischer gemessener Verlauf eines Schmelzplateaus und eines Erstarrungsplateaus des Zinn-Fixpunktes in einer Mehrfachfixpunktzelle.

plateau sowohl in ihrer Form und Länge, als auch in ihrer Temperatur. Dies wird maßgeblich durch die während des Erstarrungsvorgangs höhere Temperaturdifferenz zwischen der Temperatur des Fixpunktmaterials der Temperatur des Blockkalibrators verursacht. Diese ist notwendig, um die Unterkühlung zu erreichen und damit die Erstarrung auszulösen. Hierbei erstarrt jedoch ein großer Teil des Fixpunktmaterials schlagartig, was ebenfalls Einfluss auf die Plateaulänge hat. Diese Effekte haben bei Fixpunktzellen mit wenig Fixpunktmaterial einen größeren Einfluss und müssen bei der Verwendung solcher Fixpunktzellen zur Kalibrierung von Thermometern berücksichtigt werden [Kra11]. Entgegen den Vorgaben der ITS-90 [Pre90] bietet sich auf Grund seiner Plateaulänge und der im Vergleich zur Erstarrung geringeren Steigung im Plateau bei der hier verwendeten Mehrfachfixpunktzelle insbesondere der Schmelzvorgang für die Kalibrierung an.

3 Stand der Technik

Die Betrachtung des Standes der Technik dient der Identifizierung von Problemen der aktuellen Gerätetechnik. Hieraus können im Folgenden Forderungen für die in dieser Arbeit dargestellte Entwicklung des Blockkalibrators abgeleitet werden. Weiterhin erlaubt ein Vergleich des entwickelten Blockkalibrators mit dem Stand der Technik eine Einordnung und Bewertung der Ergebnisse.

3.1 Kalibrieren von Berührungsthermometern

Kalibrieren bezeichnet das „Ermitteln des Zusammenhangs zwischen Messwert oder Erwartungswert der Ausgangsgröße und dem zugehörigen wahren oder richtigen Wert der als Eingangsgröße vorliegenden Messgröße für eine betrachtete Messeinrichtung bei vorgegebenen Bedingungen“ [DIN95]. Bei der Kalibrierung von Berührungsthermometern wird das zu kalibrierende Thermometer mit einem System bekannter Temperatur in das thermische Gleichgewicht gebracht (Nullter Hauptsatz der Thermodynamik, vgl. Abschnitt 2.1.1). Bei der sog. Vergleichskalibrierung ist dieses System ein Fluid oder ein Körper, dessen Temperatur durch ein zuvor kalibriertes Normal höherer Ordnung gemessen wird (Abschnitt 3.1.2). Bei der Absolutwertkalibrierung (Bezug zur ITS-90) ist dieses System eine Fixpunktzelle während der Phasenumwandlung des Fixpunktmaterials (Abschnitt 3.1.1). Sowohl das Normal höherer Ordnung für die Vergleichskalibrierung als auch die Temperatur der Phasenumwandlung des Fix-

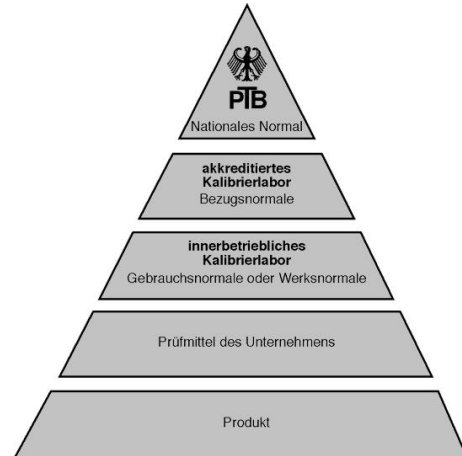


Abbildung 3.1: Kalibrierhierarchie. Mit aufsteigender Stufe in der Pyramide wird die Kalibrierunsicherheit kleiner (Bildquelle: PTB).

punktmaterials müssen vorher ihrerseits kalibriert sein. Hier verdeutlicht sich ein grundlegendes Prinzip der Metrologie: Messgeräte werden gegen Normale kalibriert, die ihrerseits wiederum gegen Normale höherer Ordnung kalibriert werden. Die Spitze dieser Kalibrierhierarchie (Abb. 3.1) ist das jeweilige nationale Normal des metrologischen Staatsinstituts. Die von diesem Normal verkörperte Größe hat die kleinste Unsicherheit in der Kalibrierhierarchie. Mit jeder Stufe nach unten wird die Kalibrierunsicherheit größer. Wird bei der Kalibrierung, bspw. eines Thermometers, die Kette entlang der Kalibrierhierarchie eingehalten, spricht man von einer rückführbaren Kalibrierung [JCG12, S. 29].

3.1.1 Kalibrierung an Temperatur-Fixpunkten

Um die zur Vergleichskalibrierung benötigten Normalthermometer (Referenzthermometer) zu kalibrieren, können die Temperatur-Fixpunkte der ITS-90 (Tab. 2.1) verwendet werden. Diese werden in Fixpunktzellen realisiert und für die Verwendung in Kalibrierlaboratorien in spezielle Fixpunkt-Öfen integriert oder als Einsätze für Badthermostate oder Rohröfen ausgeführt [Iso13; Flu08]. Bei diesen Geräten wird die Fixpunkttemperatur T_{FP} u.a. durch Verunreinigungen des Fixpunktmaterials und Wärmetransportvorgänge in der Fixpunktzelle und ihrem Gehäuse beeinflusst. Um die Abweichung $\delta T_{\text{FP}} = T_{\text{FP}} - T_{90}$ der Fixpunkttemperatur bei der Kalibrierung eines Thermometers berücksichtigen zu können, werden Fixpunktzellen wiederum gegen ein Normal höherer Ordnung und damit letztlich gegen das nationale Normal kalibriert, um die Abweichung δT_{FP} zu bestimmen. Eine weitere Möglichkeit, um Thermometer rückführbar zu kalibrieren, ist der Einsatz von miniaturisierten Fixpunktzellen. Diese verwenden eine kleine Menge Fixpunktmaterial und können daher in einer im Vergleich zu den vorher genannten Fixpunktzellen kleineren Bauform ausgeführt werden [Bog01; Edl11]. Daher ist es möglich, Fixpunktzellen direkt in die Messeinsätze von Thermometern zu integrieren, wodurch die Anwendung insbesondere im Bereich der industriellen Thermometer liegt [Bog02]. Dies erlaubt eine Kalibrierung des Thermometers im eingebauten Zustand (in-situ), diese ist jedoch in der Regel mit höheren Unsicherheiten als bei der Verwendung von Standard-Fixpunktzellen verbunden. Aufgrund der Nichtlinearität von Thermometerkennlinien (vgl. Gl. (2.3) auf S. 6) werden meist mehr Kalibrierpunkte als der von der einzelnen Fixpunktzelle bereitgestellte benötigt. Durch die Kombination von zwei (lineare Kennlinie) oder

drei (quadratische Kennlinie) Fixpunktmaterialien kann die Kennlinie eines Thermometers vollständig bestimmt werden. Hierfür kann mit Hilfe von miniaturisierten Fixpunktzellen eine Mehrfachfixpunktzelle (MFPZ) aufgebaut werden [Kim08; Sch09; Edl14]. Auch bei diesen Mehrfachfixpunktzellen kann die Abweichung δT_{FP} bestimmt und damit eine rückführbare Kalibrierung durchgeführt werden.

3.1.2 Vergleichskalibrierung

In Kalibrierlaboratorien werden vorzugsweise Badthermostate bei der Vergleichskalibrierung eingesetzt (Abb. 3.2 links). Diese decken einen Temperaturbereich von -95 °C bis 300 °C ab [Flu08; Iso13; Jul14; LAU12], wobei die Beschränkungen dieses Temperaturbereiches hauptsächlich durch die maximale Einsatztemperatur des jeweiligen Betriebsmittels (z.B. Wasser, Glykol, Silikonöl o. Ä.) begründet sind. Sind höhere Temperaturen bei der Kalibrierung nötig, werden neben Sonderlösungen in der Regel Metall-Blockkalibratoren [Flu07; Iso13; Sik16] oder Rohröfen [Car02; Iso13] verwendet. Letztere werden aufgrund ihrer Größe und der meist eingebrachten Wärmeröhre (Abb. 3.2 Mitte) im Allgemeinen nur stationär betrieben. Metall-Blockkalibratoren, auch nur Blockkalibratoren genannt (Abb. 3.2 rechts), werden dagegen aufgrund ihres geringen Platzbedarfes und Gewichtes auch im industriellen Umfeld und insbesondere im Feldeinsatz verwendet. Neben Größe, Gewicht und Arbeitstemperaturbereich ist die Art der Homogenisierung des Temperaturfeldes im Kalibriervolumen ein wesentliches Unterscheidungsmerkmal der drei Gerätegattungen. Die zugehörige Kenngröße des maximalen Temperaturgradienten im Kalibriervolumen, in Datenblättern meist Homogenität genannt, ist ein wichtiges Kriterium bei der Geräteauswahl.

Badthermostate erreichen die Homogenisierung des Temperaturfeldes im Kalibriervolumen durch Umwälzen des Fluids. Dadurch werden Temperaturgradienten durch lokal begrenzte Wärmezufuhr und -abfuhr verringert, da nahezu jedes Fluidteilchen innerhalb eines endlichen Zeitraumes die Heizung passiert. Zusätzlich wird durch das Erzeugen einer erzwungenen Konvektion der Wärmeübergangskoeffizient gegenüber der freien Konvektion um ein bis zwei Größenordnungen erhöht (Tab. 2.2 auf S. 8). Dies führt dazu, dass die Wände des Kalibriervolumens weitgehend homogen erwärmt werden.

In Rohröfen werden meist zwei Prinzipien zur Homogenisierung des Temperaturfeldes im Kalibriervolumen angewandt, die sowohl getrennt als auch in Kombination

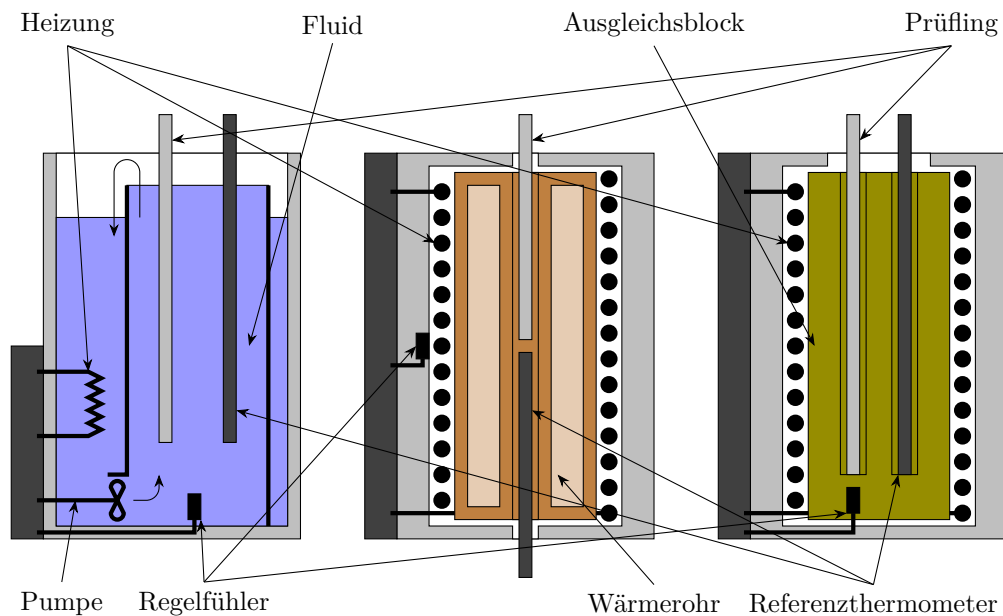


Abbildung 3.2: Badthermostat nach dem Überlaufprinzip (links), Rohrofen mit Wärmerohr (Mitte) und Blockkalibrator (rechts). Die bei einigen Ausführungen von Badthermostaten und Blockkalibratoren zusätzlich zur Heizung vorhandenen Einrichtungen zur aktiven Kühlung sind nicht dargestellt. Darstellung nicht maßstabsgerecht.

realisiert werden [Iso13, S. 21]. Zum einen kann die in Abb. 3.2 Mitte gezeigte Heizung in mehrere Zonen unterteilt werden. Damit lässt sich der Gradient in axialer (vertikaler) Richtung verringern, indem mit den jeweils äußeren Zonen mehr Heizleistung eingebracht und damit der Einfluss der Wärmeableitung nach außen kompensiert wird. Zum anderen kann ein Wärmerohr in das Kalibriervolumen eingebracht werden, in dessen innerer Bohrung sich Referenzthermometer und Prüfling befinden. Ein Wärmerohr besteht aus einem Hohlzylinder mit Innenrohr, dessen Hohlraum mit einem Arbeitsmedium gefüllt ist. Ab der jeweiligen Siedetemperatur des Mediums homogenisieren die entstehende Konvektion und der Wärmeaustausch durch Aufnahme und Abgabe der Verdampfungsenthalpie das Temperaturfeld des Innenrohres. Dieser Effekt des Wärmerohres ist daher nur in einem bestimmten Temperaturbereich wirksam. Für verschiedene Temperaturbereiche werden verschiedene Arbeitsmedien verwendet, z.B. Hg (250 °C bis 650 °C), Cs (450 °C bis 900 °C) und Na (600 °C bis 1200 °C) [Fag95]. Der Arbeitstemperaturbereich eines Rohrofens wird daher im Wesentlichen von dem eingesetzten Wärmerohr bestimmt und eingeschränkt.

3.2 Blockkalibratoren

Blockkalibratoren verwenden einen Ausgleichsblock aus einem Material mit möglichst hoher Wärmeleitfähigkeit zur Homogenisierung des Temperaturfeldes im Kalibrier-volumen. Hierfür werden insbesondere spezielle temperaturbeständige Legierungen wie Aluminium-Bronze eingesetzt [Pat07]. Gegenstand der Forschung im Bereich der Blockkalibratoren sind u.a. die Minimierung des Einflusses von radialen Temperaturgradienten auf die Kalibrierung und die Verbesserung der Regelstabilität. Beispielsweise wird in [Gos00] ein Aufbau beschrieben, der eine koaxiale Anordnung von Prüfling und Referenzthermometer vorsieht. Hierdurch werden radiale Temperaturunterschiede minimiert. Eine Verbesserung der Regelgüte von Blockkalibratoren kann mit modellbasierten Regelalgorithmen erreicht werden [Fri14]. Der Großteil der Entwicklungen konzentriert sich jedoch auf die Reduzierung von axialen Temperaturgradienten, wobei neben Sonderkonstruktionen bspw. mit Temperierung über einen

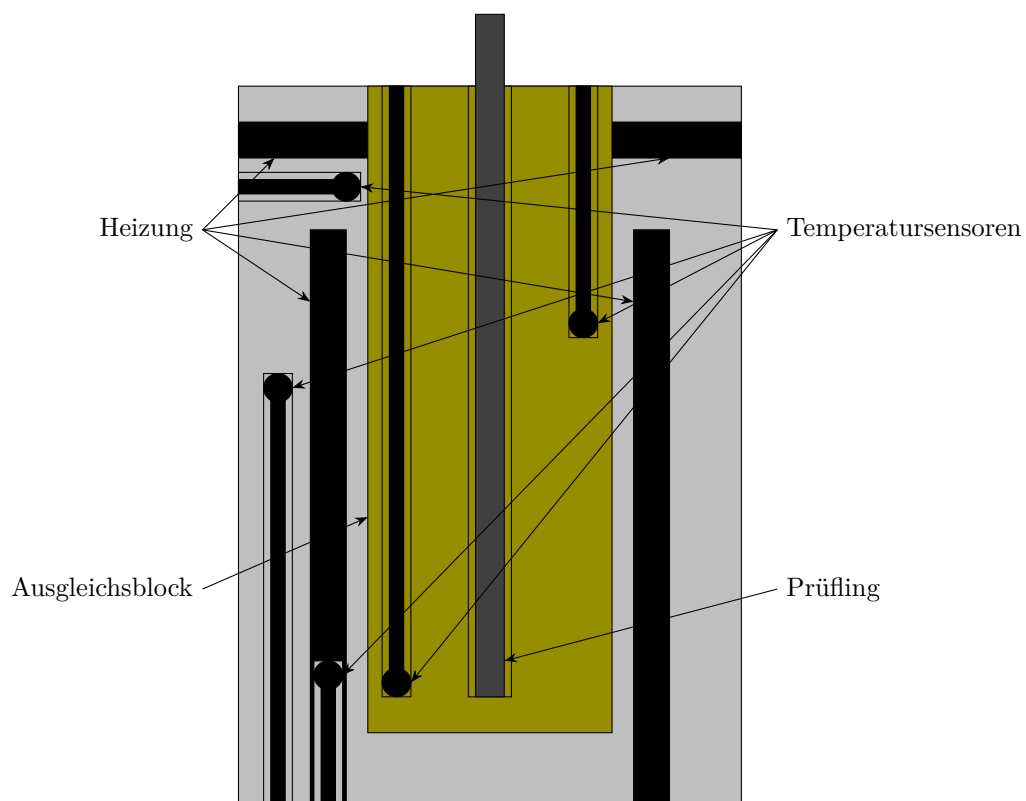


Abbildung 3.3: Schema eines Blockkalibrators mit mehreren Heizzonen und Temperatursensoren zur Kompensation der axialen Wärmeableitung nach [Pat10].

integrierten Flüssigkeitskreislauf [Bal11] vielfach Prinzipien mit mehreren Heizzonen eingesetzt werden. Diese haben jedoch gravierende Nachteile. Im einfachsten Fall wird die Gesamtheizleistung entsprechend voreingestellter Verhältnisse unter den einzelnen Zonen aufgeteilt. Dadurch kann die Regelung nicht auf veränderte Wärmeableitung aufgrund der unterschiedlichen thermischen Eigenschaften verschiedener Prüflinge und die damit entstehenden Temperaturgradienten reagieren. Eine komplexere Variante verwendet neben dem Regelfühler am unteren Ende des Ausgleichsblocks einen zusätzlichen Messfühler zur Messung der Umgebungstemperatur [Pat11]. Hier kann eine zusätzliche Heizzone am oberen, offenen Ende des Ausgleichsblockes auf Basis des gemessenen Temperaturunterschiedes zwischen Umgebungstemperatur und Temperatur am Boden des Ausgleichsblockes einen Teil des Wärmeverlustes nach außen kompensieren. Dadurch wird der axiale Temperaturgradient im Ausgleichsblock verringert. Eine dritte Variante verwendet die Messung der Temperaturdifferenz zwischen oberem und unterem Ende des Ausgleichsblockes zur Regelung von einer Haupt-Heizzone und einer Zusatz-Heizzone am oberen Ende (Abb. 3.3, [Pat10]).

Da die einzelnen verwendeten Regelfühler nicht oder nur mit erheblichem Aufwand während des Produktlebenszyklus kalibriert werden können, kann eine Drift der Kennlinie dieser Sensoren zueinander nicht ausgeschlossen werden. Beispielsweise wurden bei industriellen Pt100-Widerstandsthermometern Kennliniendriften von 200 mK a^{-1} beobachtet (siehe hierzu Abb. A.23 auf S. 124). Somit ist nicht ausgeschlossen, dass sich die durch die Regelung eingestellten und die tatsächlich vorhandenen Temperaturgradienten im Laufe des Produktlebenszyklus ändern. Als weiterer Nachteil ist anzusehen, dass die genannten Prinzipien nicht auf Veränderungen der Wärmeablei-

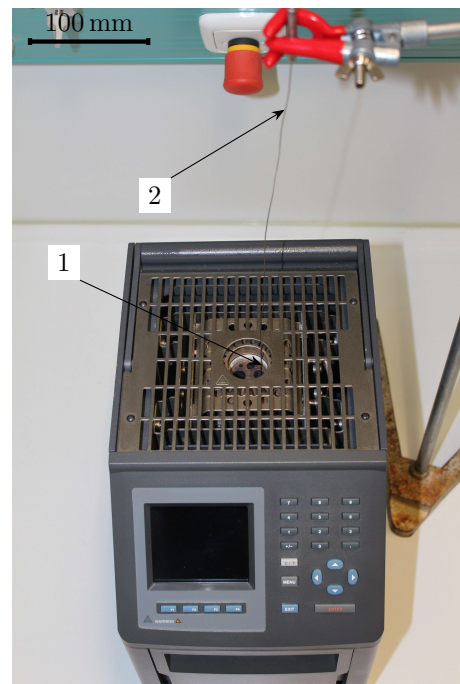


Abbildung 3.4: Messaufbau zur Bestimmung des Temperaturprofils (Abb. 3.5) in der Bohrung mit Durchmesser 8 mm des Ausgleichsblockes (1) mittels Pt100 (2).

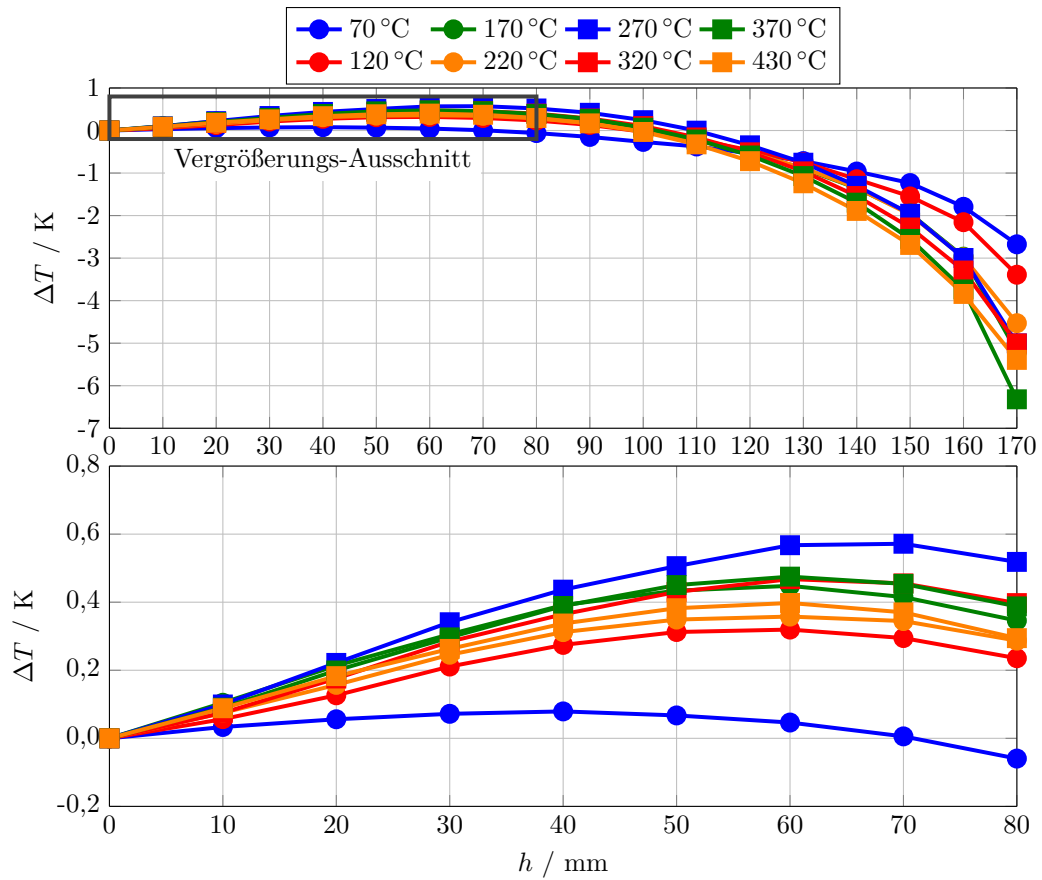


Abbildung 3.5: Auf den jeweiligen Messwert bei $h = 0$ mm bezogenes Temperaturprofil in der 8 mm-Bohrung eines kommerziell erhältlichen Blockkalibrators (oben) und Vergrößerung des Bereiches 0 mm bis 80 mm (unten) im Temperaturbereich 70 °C bis 430 °C. Die Höhe h wird vom Boden der Bohrung beginnend gemessen (Gesamthöhe 203 mm).

tung, verursacht durch wechselnde Umgebungsbedingungen oder unterschiedliche Prüflinge reagieren können. Zusätzlich wird der Temperaturgradient über der gesamten Eintauchtiefe (typischerweise ca. 120 mm bis 190 mm) anhand der an zwei Messstellen gemessenen Temperaturen korrigiert, wodurch der Gradient zwischen diesen Messstellen durch die Regelung nicht beeinflusst werden kann.

Zur Erfassung eines beispielhaften Temperaturprofils in einem kommerziell erhältlichen Blockkalibrator wurde dieses bei einem am Institut für Prozessmess- und Sensortechnik verfügbaren Gerät gemessen (Abb. 3.4). Bei diesem Blockkalibrator handelt es sich um ein Gerät auf dem Stand der Technik mit austauschbarem Ausgleichsblock mit verschiedenen Bohrungen. Es wurden stationäre Temperaturprofile in der Bohrung mit Durchmesser 8 mm bei verschiedenen Temperaturen im Bereich

von 70 °C bis 430 °C gemessen. Die Temperaturprofile (Abb. 3.5 und Abb. 3.6) zeigen den erwarteten Verlauf, wobei der Abfall zum oberen Ende durch die Wärmeableitung im Ausgleichsblock zur Umgebung und die Erhöhung zwischen 0 mm bis 70 mm durch inhomogene Einbringung der Heizleistung verursacht wird. Letzteres dient dazu, das Temperaturprofil im unteren Bereich der Bohrung (Zone homogener Temperatur) in im Datenblatt vorgegebenen Grenzen zu halten und den Einfluss der Wärmeableitung zu kompensieren.

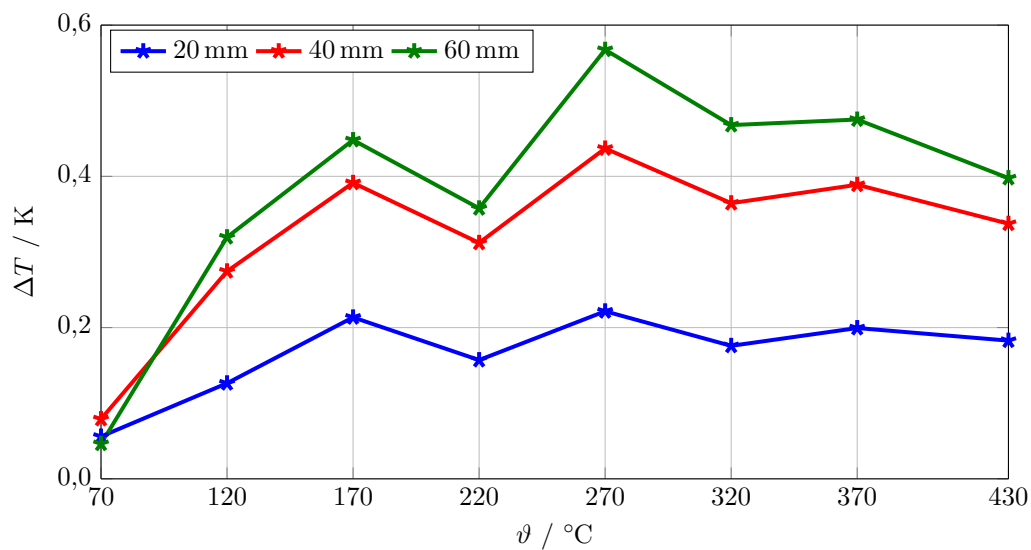


Abbildung 3.6: Temperaturprofil 8 mm-Bohrung eines kommerziell erhältlichen Blockkalibrators als Funktion der Solltemperatur für drei Höhen aus Abb. 3.5.

3.3 Bewertung des Stands der Technik

Um die Gerätetechnik zur Kalibrierung von Berührungsthermometern zu vergleichen und insbesondere die mit dem in dieser Arbeit gezeigten Blockkalibrator erzielten Eigenschaften in den Stand der Technik einordnen zu können, ist eine Bewertung des Standes der Technik der drei Gerätegattungen Badthermostat, Rohrofen und Blockkalibrator notwendig. Dazu dient das Vorgehen entsprechend [Ver98]. Hier wird für verschiedene Kriterien der Erfüllungsgrad von 0 (nicht erfüllt) bis 4 (ideal erfüllt) bewertet. Da die einzelnen Kriterien für den Zweck der Geräte eine unterschiedliche Bedeutung haben, wird zusätzlich eine Wichtung eingeführt. So sind beispielsweise die Kriterien Gewicht und Abmaße notwendig zur Bewertung der Transportierbarkeit

Tabelle 3.1: Bewertungsmaßstäbe der einzelnen Kriterien.

Eigenschaft	Einheit	Erfüllungsgrad				
		0	1	2	3	4
Längste Außenkante	mm	>1000	801 bis 1000	601 bis 800	400 bis 600	<400
Gewicht	kg	>40	31 bis 40	21 bis 30	10 bis 20	<10
Min. Arbeitstemperatur	°C	>150	101 bis 150	51 bis 100	0 bis 50	<0
Max. Arbeitstemperatur	°C	<200	200 bis 300	301 bis 400	401 bis 500	>500
Auflösung	mK	>100	51 bis 100	11 bis 50	1 bis 10	<1
Zone homogener Temperatur	mm	<20	20 bis 30	31 bis 40	41 bis 50	>50
Homogenität	mK	>150	101 bis 150	51 bis 100	10 bis 50	<10
Stabilität	mK	>100	51 bis 100	11 bis 50	5 bis 10	<5
Erreichbare Unsicherheit ($k = 2$)	mK	>200	151 bis 200	101 bis 150	51 bis 100	<50

der Geräte, entscheidend für die Funktion sind jedoch die metrologischen Eigenschaften wie die Homogenität des Temperaturfeldes und insbesondere die erreichbare erweiterte Unsicherheit der Thermometerkalibrierung. Diese sind dementsprechend höher gewichtet.

Die verwendeten Kriterien sowie die jeweiligen Maßstäbe sind in Tab. 3.1 dargestellt. Als Basis für Bewertung der Gerätegattungen anhand dieser Kriterien dienen Daten der Geräteeigenschaften aus [Sik16; Iso13; Flu05; Flu13; Car02]. Hierbei wurden nur Geräte berücksichtigt, die 300 °C erreichen können um die Vergleichbarkeit der Gerätegattungen untereinander zu gewährleisten. Diese Temperatur ist auch der Bezugspunkt für die Bewertung der Eigenschaften. Ausnahme bildet der Rohrofen mit Wärmerohr, da dessen Arbeitstemperaturbereich erst bei 400 °C beginnt. Zur Bewertung der erweiterten Unsicherheit der Thermometerkalibrierung mit den jeweiligen Geräten wurden die in den DAkkS-akkreditierten Laboratorien [DAk16] erreichbaren Werte verwendet. Die zur Bewertung herangezogenen Daten erlauben keine Aussage über einzelne Geräte oder einzelne Hersteller, lassen jedoch einen Vergleich der Gerätegattungen untereinander zu. Weiterhin ist zu berücksichtigen, dass die Bewertung lediglich für den hier betrachteten eingeschränkten Tempera-

Tabelle 3.2: Exemplarischer Vergleich der Eigenschaften der Gerätegattungen Badthermostat (BT), Rohrofen (RO) und Blockkalibrator (BK). Die Werte in Klammern gelten für Rohröfen mit Wärmerohr (WR). Die Gesamtbewertung ergibt sich aus der Summe der gewichteten Erfüllungsgrade.

Eigenschaft	Gew.	BT	RO (WR)	BK
Längste Außenkante	1	3	1 (1)	4
Gewicht	1	3	0 (0)	4
Min. Arbeitstemperatur	2	3	0 (0)	3
Max. Arbeitstemperatur	2	1	4 (4)	4
Auflösung	2	3	0 (1)	3
Zone homogener Temperatur	2	4	4 (4)	2
Homogenität	3	4	0 (3)	0
Stabilität	3	3	0 (0)	3
Erreichbare Unsicherheit ($k = 2$)	4	4	1 (2)	2
Gesamtbewertung		65	21 (36)	49

turbereich unter der Voraussetzung von transportablen Geräten gilt. Tabelle 3.2 zeigt die Erfüllungsgrade der Gerätegattungen. Es ist erkennbar, dass anhand der gewählten Kriterien mit zugehörigen Maßstäben Badthermostate für Kalibrierzwecke am besten geeignet sind. Blockkalibratoren sind diesen lediglich in der maximalen Arbeitstemperatur und der Transportierbarkeit überlegen. Der wesentliche Nachteil von Blockkalibratoren hinsichtlich der Homogenität des Temperaturfeldes soll mit der in dieser Arbeit gezeigten Entwicklung verringert werden. Beispielsweise würde eine Verbesserung des Erfüllungsgrades der Homogenität auf einen Wert von 2 und des Erfüllungsgrades der Stabilität auf einen Wert von 4 zu einer Gesamtbewertung von 58 führen und sich damit dem Wert von 65 der Badthermostaten nähern.

4 Entwicklung des Blockkalibrators

Die Beschreibung der Entwicklung des Blockkalibrators umfasst insbesondere die Definition der Zielstellung, die Konstruktion und Entwicklung des mechanischen Aufbaus sowie die Darstellung der verwendeten Messgeräte. Als wesentlicher Punkt wird das Funktionsprinzip des Blockkalibrators in diesem Kapitel genauer erläutert.

4.1 Zielstellung

Ein Nachteil von Blockkalibratoren gegenüber Badthermostaten sind die vergleichsweise hohen Kalibrierunsicherheiten (Tab. 3.2, [Ber14, S. 581]). Diese werden maßgeblich durch den Aufbau und die Funktionsweise der Blockkalibratoren beeinflusst: das Temperaturfeld im Inneren des Blockkalibrators, dem sog. Ausgleichsblock, wird mittels einer Heizungsregelung eingestellt. Hierzu wird eine einzelne, meist bodennah gemessene Temperatur als Regelgröße verwendet und auf einen Sollwert gebracht. Bedingt durch Inhomogenitäten im Material, ungleichmäßige Einbringung der Heizleistung und Wärmeableitung zur Umgebung entstehen in diesem Temperaturfeld statische Temperaturunterschiede in der Größenordnung von mehreren hundert Millikelvin (Abb. 3.5 auf S. 21). Zusammen mit der im Vergleich zu flüssigen Medien wie in Badthermostaten um zwei Größenordnungen geringeren thermischen Kopplung des zu kalibrierenden Thermometers (Prüfling) an die dargestellte Temperatur über Luft (Tab. 2.2 auf S. 8) entstehen die zwei wesentlichen Probleme von Blockkalibratoren. Zum einen entsteht durch die Temperaturgradienten eine Ortsabhängigkeit der Temperatur des Prüflings, zum anderen gibt es einen statisch-thermischen Messfehler durch die Wärmeableitung entlang des Prüflings.

Einen weiteren Unsicherheitsbeitrag bei der Benutzung von Blockkalibratoren verursacht der eingebaute Regelfühler. Aus den oben genannten Gründen stimmt die von seinem Sensor gemessene Temperatur nicht mit der Temperatur im Ausgleichsblock überein. Außerdem kann durch den festen Einbau des Fühlers dieser nur mit erhöhtem Aufwand kalibriert werden, wodurch der Einsatz eines zusätzlichen

externen Referenzthermometers notwendig wird, um einen rückführbaren Absolutwertbezug der im Blockkalibrator dargestellten Temperatur und damit der vom Prüfling gemessenen Temperatur herstellen zu können.

Hier setzt die Entwicklung des neuen Blockkalibrators an: durch einen Aufbau mit mehreren Heizzonen, Wärmestromsensoren (WSS) zur Detektion von axialen Temperaturgradienten und ein entsprechend angepasstes Regelungskonzept soll ein Blockkalibrator mit einem homogenen und stabilen Temperaturfeld entwickelt werden. Um das eingebaute Referenzthermometer, welches gleichzeitig als Regelfühler dient, rückführbar in-situ kalibrieren zu können, ist zusätzlich eine kompakte Mehrfachfixpunktzelle (MFPZ) vorgesehen, die ebenfalls in den Blockkalibrator eingebaut ist. Hier ergibt sich die Möglichkeit, nicht nur das Thermometer sondern die gesamte Messkette inklusive Messgerät an den Fixpunkten kalibrieren zu können.

4.2 Mechanischer Aufbau

Um den mechanischen Aufbau entsprechend den Anforderungen zu konstruieren, wurde ein mehrstufiger Entwicklungsprozess durchlaufen. Hierbei erfolgte zunächst die Festlegung der Anordnung der Heizzonen, des Ausgleichsblockes, der Fixpunktzellen und des Referenzthermometers. Bei der Entwicklung dieser Ausgangskonstruktion wurden insbesondere folgende Punkte berücksichtigt:

1. Der Ausgleichsblock soll über koaxial angeordnete Aufnahmebohrungen (vgl. [Gos00]) für die Aufnahme des Referenzsensors (Pt100 mit 3 mm Durchmesser und 6 mm sensitive Länge) und des Prüflings (maximal 8 mm Durchmesser einer Eintauchtiefe von mindestens dem 15-fachen Durchmesser [DAk02]) verfügen.
2. Die Zone homogener Temperatur zur Kalibrierung des Prüflings soll mindestens 40 mm lang sein [DAk02].
3. Die sensitive Länge des Referenzsensors im unteren Drittel des Ausgleichsblockes soll von der MFPZ umschlossen sein.
4. Sowohl die MFPZ als auch die Zone homogener Temperatur sollen oben und unten jeweils thermisch an einen WSS gekoppelt sein.
5. Die sich aus 2. - 4. ergebenden Teile des Ausgleichsblockes sollen jeweils mit einer separaten Heizzone ausgerüstet werden.

6. Der Ausgleichsblock soll zusätzlich über jeweils eine Heizzone an der oberen und unteren Stirnseite verfügen.
7. Der Ausgleichsblock mit den inneren Heizzonen soll zusätzlich von einem Schild aus weiteren Heizzonen umgeben werden.

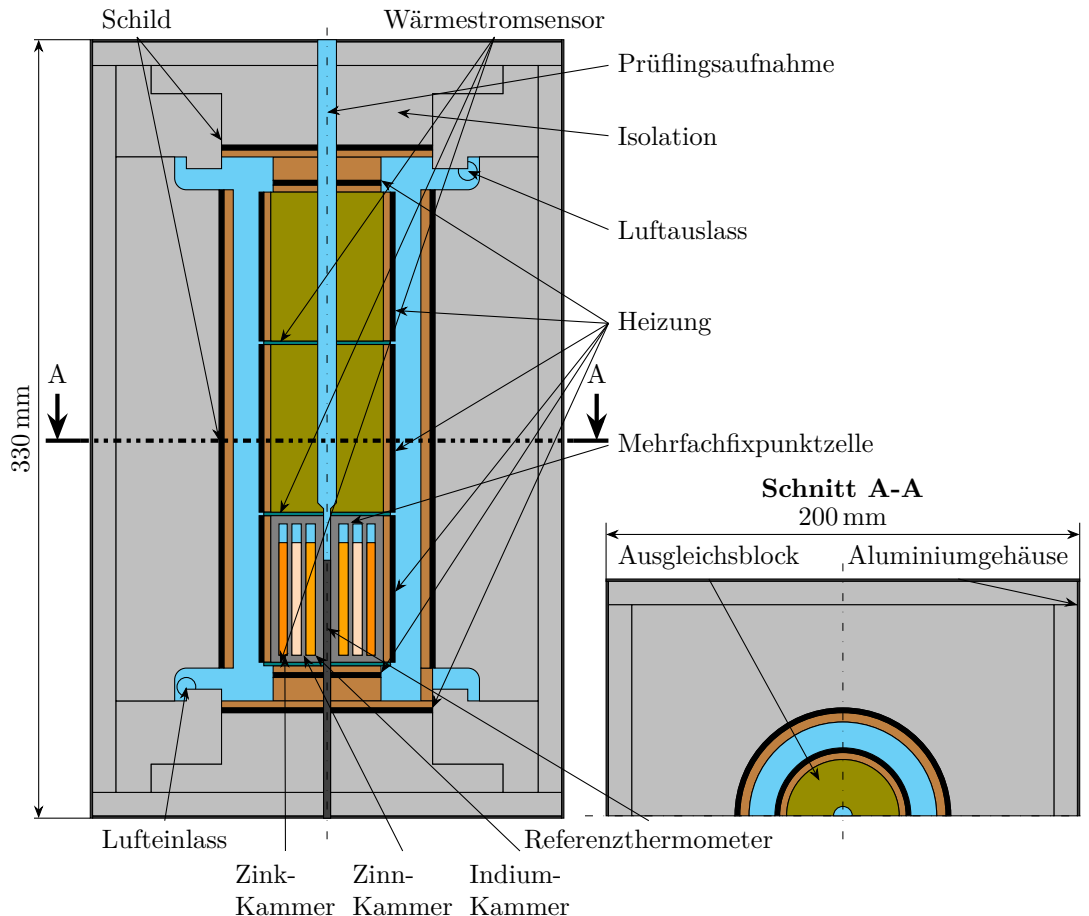


Abbildung 4.1: Schema des mechanischen Aufbaus des Blockkalibrators.

Die Detailkonstruktion des Aufbaus (Abb. 4.1) wurde in Zusammenarbeit mit der Fa. *HTM* (siehe Tab. A.11) entwickelt, die anschließend auch die Fertigung ausgeführt hat. Von der gezeigten Anordnung wurde anschließend ein Modell für die Simulation mittels der Methode der Finiten Elemente (FEM) erstellt. Das für die FEM-Simulationen verwendete Programmpaket ANSYS bietet ein Plug-In (optiSLang inside ANSYS, [dyn15]) zur Durchführung von Parametervariationen auf Basis von Methoden der statistischen Versuchsplanung. Durch diese sys-

tematischen Parametervariationen wurden sowohl für die Geometrie des Aufbaus als auch die Position der WSS und das Material des Ausgleichsblocks optimale Werte gefunden [Hoh15]. Als Kriterium für die Optimierung diente die Minimierung der in statischen Simulationen im Inneren des Ausgleichsblockes vorhandenen Temperaturgradienten. Weiterhin wurden die Geometrie der Mehrfachfixpunktzelle und die Anordnung der Fixpunktmaterialien mittels Parametervariation optimiert [Mar15]. Die Konstruktion wurde hinsichtlich der gefundenen optimalen Parameter angepasst (Abb. 4.1). Auf Basis der Ergebnisse der Optimierungsrechnungen wurde der Ausgleichsblock des Blockkalibrators aus Kupfer ($\lambda = 320 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ bei 20°C [Deu05]¹) gefertigt und zum Schutz gegen Korrosion bei hohen Temperaturen chemisch mit Nickel beschichtet. Die Mehrfachfixpunktzelle besteht aus Graphit und enthält drei offene Kammern mit den drei Fixpunktmaterialien Indium, Zinn und Zink. Offen bedeutet in diesem Fall, dass die durch die Erwärmung und Abkühlung bedingte Volumenänderung der Fixpunktmaterialien keine Druckänderung in der Kammer bewirkt.

Nach Abschluss der Optimierungsrechnungen konnte der Blockkalibrator entsprechend der gefundenen Ergebnisse gefertigt und aufgebaut werden (Abb. 4.2). Die im mechanischen Aufbau realisierten Luftein- und -auslässe sind für eine spätere Belüftung mittels eines Gebläses vorgesehen, welches im aktuellen Aufbau noch nicht montiert ist. Für den Experimentalaufbau wurde ein Aufbau mit möglichst großer Flexibilität gewählt. Daher sind, anders als bei kommerziellen Blockkalibratoren, Energieversorgung, Steuerung und Messgeräte nicht im Gehäuse integriert. Die für Blockkalibratoren typische

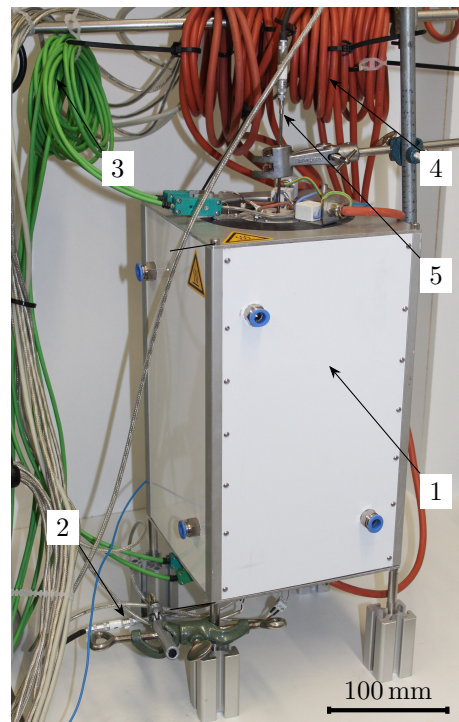


Abbildung 4.2: Experimentalaufbau des Blockkalibrators (1) mit Referenzthermometer (2), Messleitungen der Thermoelemente (3), Zuleitungen der Heizungen (4) und eingesetztem Prüfling (5).

¹Hersteller gibt keine Unsicherheit an

Transportierbarkeit ist somit nur eingeschränkt gegeben. Das Ziel dieser Arbeit ist jedoch der Funktionsnachweis des dargestellten Prinzips, so dass diese Einschränkung unerheblich ist.

4.3 Funktionsprinzip

Die thermischen Ausgleichsvorgänge im Blockkalibrator können für den statischen Fall mathematisch durch das Fourier'sche Gesetz der Wärmeleitung (4.1) beschrieben werden (vgl. Abschnitt 2.2.1). Dieses stellt den Zusammenhang zwischen dem Vektorfeld der Wärmestromdichte \vec{q} und dem Gradienten des skalaren Temperaturfeldes ∇T im Inneren eines Festkörpers oder Fluids dar. Die Wärmeleitfähigkeit λ des Stoffes wird hier als homogen, isotrop und temperaturunabhängig angenommen.

$$\vec{q} = -\lambda \nabla T \quad (4.1)$$

$$\vec{q} = q_x \vec{e}_x + q_y \vec{e}_y + q_z \vec{e}_z = -\lambda \left(\frac{\partial T}{\partial x} \vec{e}_x + \frac{\partial T}{\partial y} \vec{e}_y + \frac{\partial T}{\partial z} \vec{e}_z \right) \quad (4.2)$$

$$\begin{aligned} \vec{q} &= (q_x \cos \varphi + q_y \sin \varphi) \vec{e}_\rho + (-q_x \sin \varphi + q_y \cos \varphi) \vec{e}_\varphi + q_z \vec{e}_z \\ &= -\lambda \left(\frac{\partial T}{\partial \rho} \vec{e}_\rho + \frac{1}{\rho} \frac{\partial T}{\partial \varphi} \vec{e}_\varphi + \frac{\partial T}{\partial z} \vec{e}_z \right) \end{aligned} \quad (4.3)$$

Sowohl der Gradient des Temperaturfeldes als auch die Wärmestromdichte haben je eine Komponente in den drei Koordinatenrichtungen x, y und z (4.2). Da es sich bei dem Ausgleichsblock mit zugehörigen Heizungen um im Wesentlichen rotations-symmetrische Strukturen handelt (Abb. 4.1), bietet sich die Transformation von Gl. (4.2) in Zylinderkoordinaten an (4.3) (vgl. [Bro08, S. 712, 715], Abb. 4.3).

$$\begin{pmatrix} \dot{q}_\rho \\ \dot{q}_\varphi \\ \dot{q}_z \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \vec{e}_\rho \\ \vec{e}_\varphi \\ \vec{e}_z \end{pmatrix} = -\lambda \cdot \begin{pmatrix} \frac{\partial T_\rho}{\partial \rho} \\ \frac{1}{\rho} \frac{\partial T_\varphi}{\partial \varphi} \\ \frac{\partial T_z}{\partial z} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \vec{e}_\rho \\ \vec{e}_\varphi \\ \vec{e}_z \end{pmatrix} \quad (4.4)$$

Wie zu erkennen ist, hängen die Komponenten der Wärmestromdichte in den jeweiligen Koordinatenrichtungen von den Temperaturgradienten in den entsprechenden Richtungen ab. Das bedeutet, dass in einer Koordinatenrichtung kein Temperaturgradient vorhanden ist, wenn der Betrag der Wärmestromdichte in dieser Koordina-

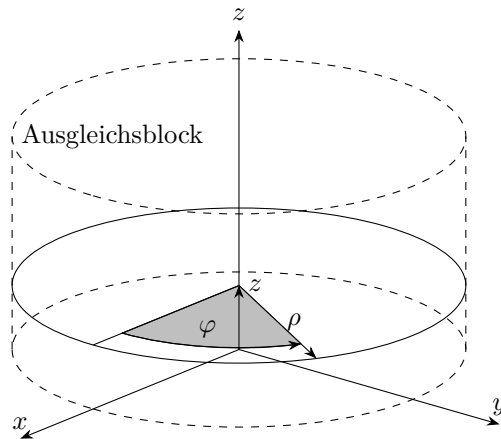


Abbildung 4.3: Zusammenhang zwischen kartesischen Koordinaten und Zylinderkoordinaten im Ausgleichsblock.

tenrichtung gleich null ist (4.4). Sind die Wärmeleitfähigkeit im Ausgleichsblock und der Wärmeeintrag in radialer Richtung homogen, so ist das Temperaturfeld rotations-symmetrisch. In diesem Fall ist der Gradient und damit die Wärmestromdichte in φ -Richtung null. Somit sind nur die ρ - und die z -Komponenten der Wärmestromdichte zu berücksichtigen.

Im Blockkalibrator ist vor allem die Wärmestromdichte in z -Richtung im Ausgleichsblock interessant, da diese zwei für die Funktion des Blockkalibrators wesentliche Eigenschaften beeinflusst:

1. Je geringer die Temperaturgradienten in der Prüflingsaufnahme (Abb. 4.1) sind, desto kleiner kann die Eintauchtiefe des Prüflings sein, und desto geringer sind die Anforderungen an die Positionierunsicherheit des Prüflings innerhalb der Prüflingsaufnahme. Die Differenz zwischen Raumtemperatur und Temperatur am Ort des Sensors des Prüflings beeinflusst direkt die Wärmeableitung entlang des Prüflings. Somit gehen Unterschiede dieser Temperaturdifferenz auf Grund von örtlichen Temperaturunterschieden in der Prüflingsaufnahme direkt in das Kalibrierergebnis ein.
2. Als Effekt zweiter Ordnung beeinflusst das Temperaturprofil entlang des Prüflings die Wärmeableitung ebenfalls.

Der axiale Wärmestrom kann mittels entlang der z -Achse des Ausgleichsblocks eingebrachten Wärmestromsensoren (WSS) gemessen werden. Im Gegensatz zur Bestimmung des Temperaturgradienten durch mehrere Temperatursensoren verspricht

der Einsatz von Wärmestromsensoren einen Vorteil hinsichtlich des Driftverhaltens. Die Kennlinien von Temperatursensoren können während ihres Einsatzes beliebig zueinander driften, was die Messung des Gradienten beeinflusst und im ungünstigsten Fall zu nicht detektierten Wärmeströmen führt. Bei Wärmestromsensoren ist dieses Problem nicht zu erwarten. Prinzipbedingt ist die Detektion von Temperaturdifferenzen bei den für die WSS verwendeten thermoelektrischen Prinzipien driftfrei (vgl. Abschnitt 5).

Der Ausgleichsblock wird in z -Richtung in separate Teile aufgeteilt, zwischen denen jeweils ein WSS angebracht wird. Messen diese WSS keinen Wärmestrom, sind die jeweils benachbarten Teile des Ausgleichsblocks im thermischen Gleichgewicht, d.h. der Temperaturgradient ist gleich null. Die Heizleistungen der einzelnen Heizzonen werden mittels der Signale der WSS so geregelt, dass dieser Zustand eingestellt wird. Gleichzeitig wird die Solltemperatur des Referenzthermometers gehalten, welches koaxial mit der Aufnahme für den Prüfling im unteren Drittel des Ausgleichsblocks angeordnet ist (Abb. 4.1).

Die im Blockkalibrator kalibrierten Prüflinge werden gegen dieses Referenzthermometer (Pt100) in einer Vergleichskalibrierung kalibriert. Um den Absolutwertbezug der Kalibrierung herstellen zu können, muss dieses Referenzthermometer seinerseits ebenfalls rückführbar kalibriert werden. Hierzu verfügt der Blockkalibrator über eine Mehrfachfixpunktzelle (MFPZ), deren Kammern mit den Fixpunktmaterialien Indium (In), Zinn (Sn) und Zink (Zn) befüllt sind. An diesen drei Fixpunkten kann das Referenzthermometer jederzeit in-situ kalibriert werden, wodurch ein Ausbau nicht notwendig ist.

4.4 Messgeräte und Peripherie

Abbildung 4.4 zeigt die Wirkzusammenhänge der Steuerung. Die Messdatenerfassung, Messdatenverarbeitung, Regelung und Geräteansteuerung erfolgen über ein MATLAB-Programm, welches auf einem Standard-PC läuft. Hier erfolgen ebenfalls die Filterung und Umrechnung von Messwerten durch hinterlegte Kennlinien. Die Kommunikation mit den Mess- und Steuerungsgeräten erfolgt über USB, RS485 und GPIB. Als Messgeräte kommen ein MeasurPoint DT9874 und ein Agilent 34970A mit 20-Kanal-Multiplexer-Einschub zum Einsatz. Um die im Bereich von Nanovolt bis Millivolt liegenden Signalpegel der WSS auf den 1 V-Messbereich des Agilent

34970A anzupassen, werden die Signale der WSS durch einen eigens aufgebauten Messverstärker vorverstärkt. Zur Reduzierung des Einflusses von Offset-Spannungen der OPVs des Messverstärkers auf die Messung der WSS-Signale, werden innerhalb der Abtastzeit zwei Messwerte erfasst. Zwischen diesen beiden Werten wird die Signalleitung mittels mechanischer Relais auf der Eingangsseite der OPVs umgepolt, womit eine Offsetkorrektur des Signals möglich ist.

Für den Experimentalaufbau wurde eine Struktur mit größtmöglicher Flexibilität hinsichtlich der Konfiguration der Messgeräte und der Regelung gewählt. Da zur Regelung thermischer Ausgleichsvorgänge im Allgemeinen Abstraten im Sekundenbereich ausreichend sind, konnte auf den Einsatz spezieller Microcontroller verzichtet werden. Alle Regelalgorithmen werden auf dem PC implementiert, was eine einfache Änderung von Reglerparametern und -strukturen erlaubt.

Um die Beeinflussung der Signale der WSS durch elektromagnetische Effekte,

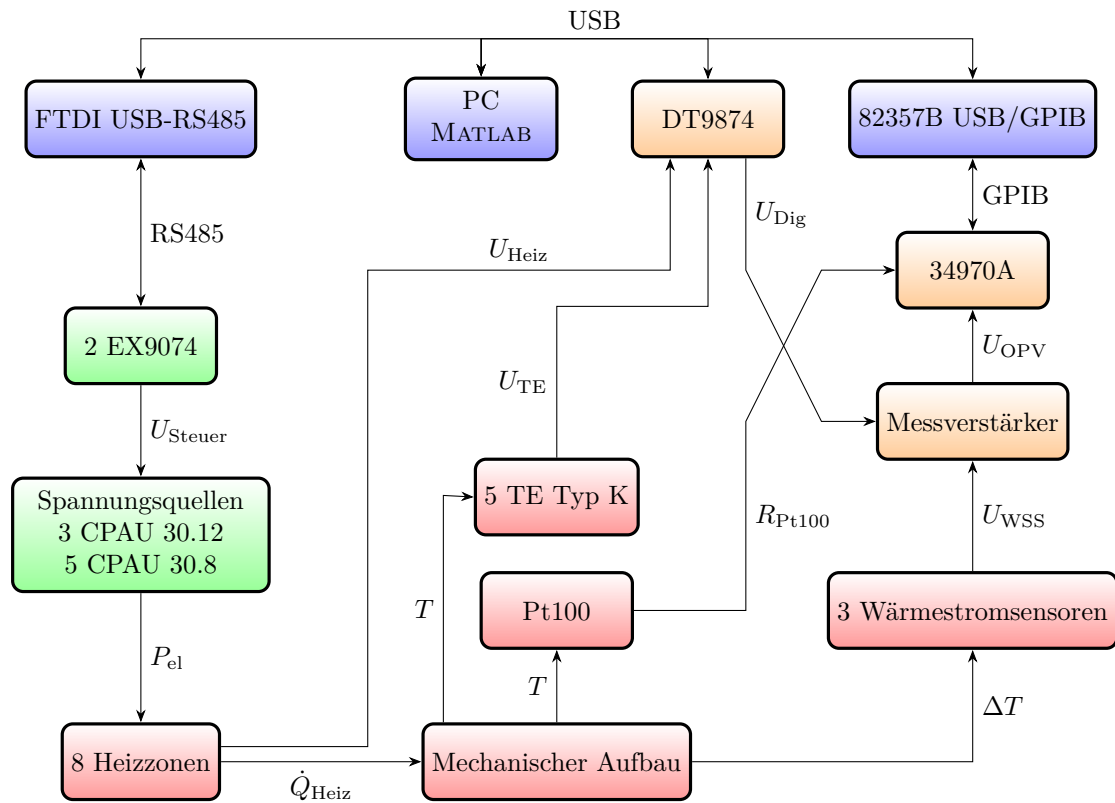


Abbildung 4.4: Schema der Ansteuerung. Die Elemente sind entsprechend ihrer Zugehörigkeit farblich markiert: PC Hardware und Bussysteme in blau, Geräte für die Stellgrößen in grün, Elemente und Sensoren im Blockkalibrator in rot und Messgeräte in orange.

bspw. Induktion, minimal zu halten, wurden statt einfach zu realisierender Wechselspannungsversorgung mit Pulsweitenmodulation [Gro07, S. V43] gerätetechnisch aufwändigere Primärschaltregler vom Typ Kniel CPAU verwendet. Diese liefern steuerbare Gleichspannungen von 0 V bis 30 V mit geringer Restwelligkeit ($U_{ss} \leq 40$ mV) bei Stromstärken bis zu 12 A [Kni15].

Die sonstigen wesentlichen Spezifikationen der verwendeten Geräte sind in der nachfolgenden Beschreibung aufgeführt.

34970A Digitalmultimeter, $6\frac{1}{2}$ Stellen Auflösung, mit Multiplexer-Einschub bis zu 20 Kanäle abtastbar, Kompensation von parasitären Thermospannungen, Abtastrate bis zu 440 Hz, Ansteuerung über GPIB, 230 V Versorgungsspannung [Agi11]

82357B Buskonverter, bidirektionale Umsetzung von USB auf GPIB [Key14]

CPAU Primärschaltregler, Ausgangsspannung 0 V bis 30 V durch Steuerspannung 0 V bis 10 V einstellbar, Auflösung begrenzt durch Auflösung der Steuerspannung, 230 V Versorgungsspannung [Kni15]

DT9874 Multikanal-Digitalmultimeter, 24 Bit Auflösung, simultane Abtastung von bis zu 48 Kanälen, Abtastrate bis zu 10 Hz, Ansteuerung über USB, Digitalausgang, 230 V Versorgungsspannung [Dat14]

EX9074 Analog-Ausgangsmodul, 14 Bit Auflösung, 4 Kanäle, Ausgabe von Spannungen im Bereich 0 V bis 10 V, 12 V Versorgungsspannung [Adm15]

FTDI USB-RS485 Buskonverter, bidirektionale Konvertierung von USB auf RS485 [Fut10]

Messverstärker Mehrkanalige Verstärkerplatine, je Kanal ein OPV INA 114 [Tex92] zur Signalverstärkung, Nennverstärkungsfaktor 5001, und ein mechanisches

Relais zur Signalumpolung, Umschaltung über den Digitalausgang des DT9874

5 Wärmestromsensoren

Die im Blockkalibrator eingesetzten Wärmestromsensoren stellen einen wesentlichen Baustein des entwickelten Konzeptes dar. Im Folgenden Kapitel werden zwei Sensorprinzipien erläutert und verglichen sowie eine Möglichkeit der Kalibrierung von Wärmestromsensoren dargestellt.

5.1 Sensorprinzipien

Die Wärmestrommessung wird bei den berührenden Verfahren meist auf die Messung eines Temperaturgradienten oder der zeitlichen Ableitung der Temperatur zurückgeführt [Chi99]. Der Betrag des Wärmestromes wird aus den gemessenen Temperaturwerten mit Hilfe der thermischen Eigenschaften (Wärmeleitfähigkeit λ in Kombination mit geometrischen Abmessungen) der Sensormaterialien berechnet.

Die vorgesehene Anwendung der Wärmestromsensoren (WSS) im Blockkalibrator stellt einen Spezialfall der Wärmestrommessung dar. Da der axiale Wärmestrom zwischen den Einzelteilen des Ausgleichsblockes minimiert werden soll, dienen die WSS hier als Nullindikatoren. Somit ist die explizite Berechnung des Betrags des Wärmestromes nicht notwendig, da er im Arbeitspunkt als proportional zum Temperaturgradienten angenommen werden kann (vgl. Gl. (4.1)). Die für die WSS ausgewählten Sensorprinzipien beruhen daher auf der Messung des Temperaturgradienten.

Die gefundenen kommerziell erhältlichen Sensoren konnten aus den folgenden Gründen nicht im Blockkalibrator verwendet werden:

- Die maximal zulässige Einsatztemperatur der meisten WSS liegt im Bereich von 70 °C bis 310 °C [Huk15; Ome12; gre15; EKO15; RdF15; Cap05; Seq15; Int15],
- WSS mit höherer zulässiger Einsatztemperatur sind nur zur Messung von Strahlungswärmestrom und/oder konvektivem Wärmestrom geeignet [Vat15],

- oder sind aufgrund ihrer Geometrie und der Ausführung des elektrischen Anschlusses nicht für den Einsatz im Blockkalibrator geeignet [Wun11].

Daher mussten speziell für den Einsatz im Blockkalibrator angepasste WSS konstruiert und aufgebaut werden. In manueller Fertigung wurden WSS mit zwei unterschiedlichen Sensorprinzipien aufgebaut.

5.1.1 Thermokette

Ein vielfach eingesetztes Prinzip bei der Wärmestrommessung ist die Kombination einer Thermokette, auch Thermosäule genannt, mit einem thermischen Widerstand [Chi99; Ber14; Gif10]. Hierbei wird mittels einer elektrischen Reihen- und thermischen Parallelschaltung einer Anzahl von n Thermoelementen (TE) der Mittelwert der Temperaturdifferenz zwischen den beiden Seiten einer Platte gemessen. Der Betrag des Wärmestroms kann mit Hilfe der geometrischen Abmessungen und der thermischen Eigenschaften der Platte aus der Temperaturdifferenz errechnet werden.

5.1.1.1 Aufbau

Die Trägerscheiben der WSS bestehen aus einer Glaskeramik (Mischung aus Al_2O_3 und SiO_2) und wurden durch die Fa. *electrotherm* (siehe Tab. A.11) mit einer laser-geschweißten Thermokette des Thermoelement-Typs E bestückt. Typ E wurde

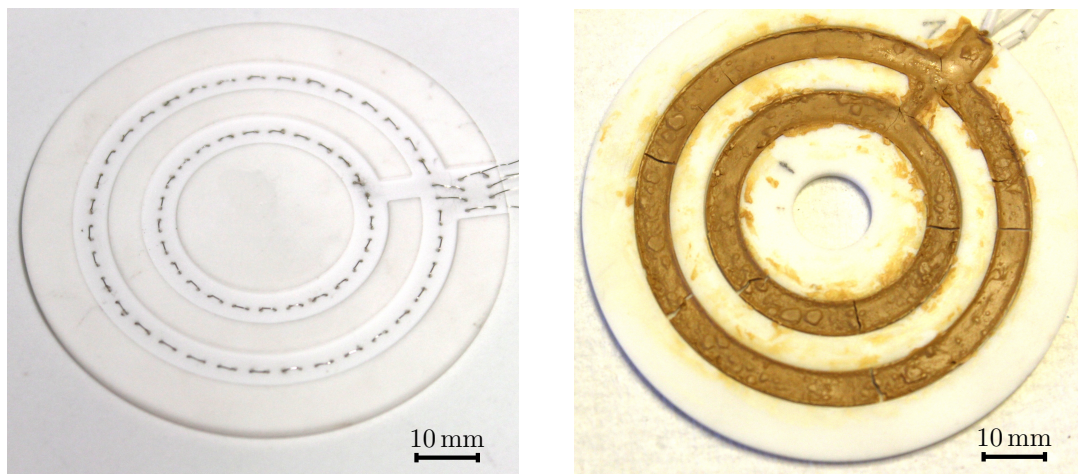


Abbildung 5.1: WSS mit Thermokette. Links ohne Füllung, rechts mit Füllung und zentraler Bohrung.

ausgewählt, da er die größte Empfindlichkeit der einzelnen Thermopaarung aller genormten Thermoelemente bietet ($S_{TE} = 58,7 \mu\text{V K}^{-1}$ bei 0°C , [DIN13]). Die WSS verfügen über zwei Thermoketten auf unterschiedlichen Radien mit jeweils 25 bzw. 35 Thermoelementen pro Kette.

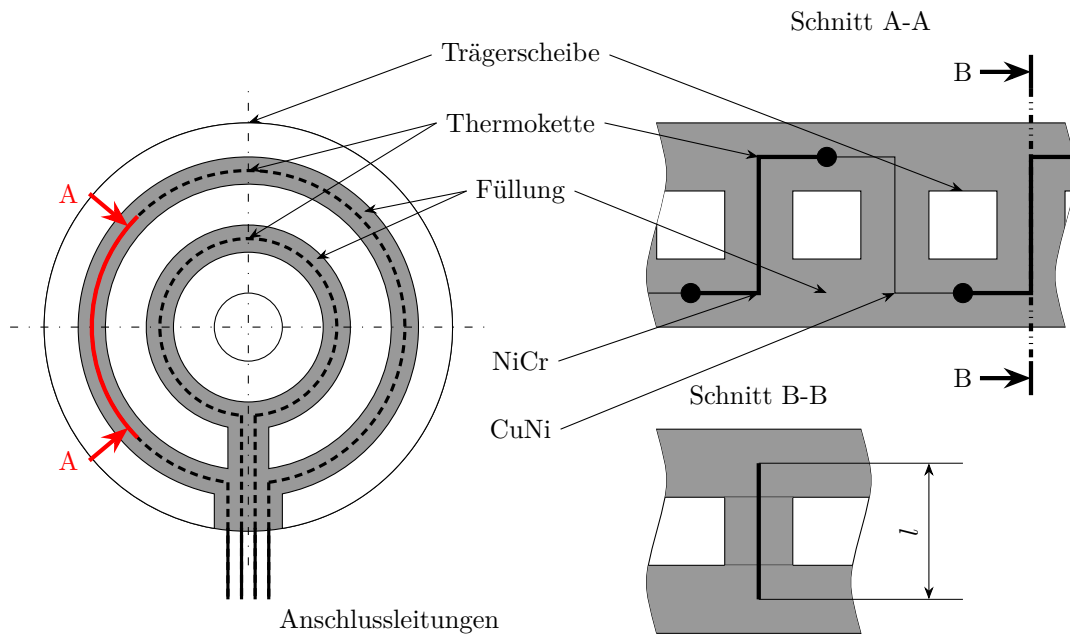


Abbildung 5.2: Schema des Aufbaus der WSS mit Thermokette. Dargestellt ist die Draufsicht (links), ein Schnitt entlang der äußeren Thermokette (rechts oben) und ein Schnitt entlang eines Drahtes der Thermokette (rechts unten).

5.1.1.2 Empfindlichkeit

Die Empfindlichkeit $S(T)$ dieser Bauform hängt im Wesentlichen von drei Faktoren ab: der Anzahl der Verbindungsstellen der Thermokette, der Geometrie und den thermischen Eigenschaften des Sensoraufbaus. Der zusätzliche Einfluss der Kontaktwiderstände zwischen den Sensoroberflächen und den Oberflächen des jeweiligen Messobjektes, hier den Teilen des Ausgleichsblocks, wird in Abschnitt 5.3.3 betrachtet. Um die Empfindlichkeit berechnen zu können, kann ein Modell mittels der elektrothermischen Analogie (Abschnitt 2.2.2) erstellt werden (Abb. 5.3).

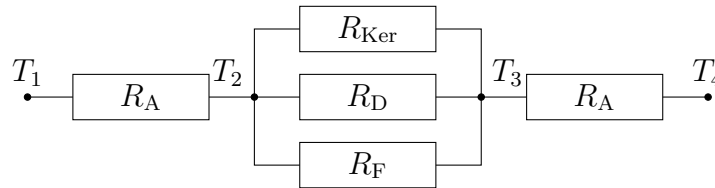
Tabelle 5.1 zeigt die Literaturwerte der Wärmeleitfähigkeit der im Sensor verwendeten Materialien. Bei den Angaben zu $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ und zur Füllung handelt es sich um Herstellerdaten, hier sind keine Daten zur Bezugstemperatur und zur Unsicherheit

Tabelle 5.1: Wärmeleitfähigkeit λ mit zugehöriger Standardunsicherheit der Komponenten der WSS mit Thermokette.

Material	$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$		Quelle
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2^{\text{a}}$	1,720	$\pm 0,086$	[Vit07]
Füllung ^a	3,00	$\pm 0,15$	[DrD14]
NiCr bei 100 °C	19,00	$\pm 0,95$	[Mad91]
CuNi bei 22 °C	23,00	$\pm 0,53$	[Mad91]
Luft bei 6,85 °C und $1 \times 10^5 \text{ Pa}$	$0,024\,70 \pm 0,000\,99$		[Ste85]

^a Annahme einer relativen Standardunsicherheit von $\pm 5\%$

angegeben. Daher wird zur Ermittlung der kombinierten Standardunsicherheit der Empfindlichkeit eine relative Standardunsicherheit von $\pm 5\%$ angenommen. Bei den übrigen Daten handelt es sich um Werte aus wissenschaftlichen Veröffentlichungen. Hier liegen die Daten tabellarisch in Abhängigkeit der Temperatur vor, jedoch sind nicht für alle Materialien die gleichen Bereiche der Bezugstemperaturen angegeben. Durch Interpolation zwischen den Tabellendaten lassen sich Werte bei anderen Temperaturen finden, in Tab. 5.1 sind die Originaldaten angegeben.

**Abbildung 5.3:** Elektrothermisches Modell des WSS mit Thermokette. R_A ist der thermische Widerstand der Deckschicht, R_D der thermische Widerstand der TE-Drähte, R_F der thermische Widerstand der Füllung zwischen den Drähten und R_{Ker} der thermische Widerstand der Keramik zwischen den Drähten.

$$U(T) = n S_{TE}(T) \Delta T \quad (5.1)$$

- n - Anzahl der Thermoelemente in der Kette
- $U(T)$ - Signal der Thermokette
- $S_{TE}(T)$ - Empfindlichkeit des einzelnen Thermoelementes
- ΔT - Temperaturdifferenz

Gleichung (5.1) zeigt den Zusammenhang zwischen der gemessenen Temperaturdifferenz an der Thermokette ΔT und dem Sensorsignal U bei rotationssymmetrischem

Temperaturfeld. Diese Temperaturdifferenz entspricht $T_3 - T_2$ im Modell in Abb. 5.3 und wird aus der Temperaturdifferenz über dem gesamten Sensor $T_4 - T_1$ mittels der Ersatzwiderstände ermittelt (5.2). Hierbei wird das Fourier'sche Gesetz (4.1) unter der Annahme von konstanten Stoffwerten und einem jeweils über den Schichten konstanten Temperaturgradienten angewendet.

$$\frac{T_3 - T_2}{T_4 - T_1} = \frac{(R_{\text{Ker}} \parallel R_{\text{D}}) \parallel R_{\text{F}}}{2 R_{\text{A}} + (R_{\text{Ker}} \parallel R_{\text{D}}) \parallel R_{\text{F}}} \quad (5.2)$$

Somit ergibt sich die Empfindlichkeit $S(T)$ des WSS entsprechend Gl. (5.3). Setzt man die Werte aus Tab. 5.1 mit ihren entsprechenden Unsicherheiten sowie die Unsicherheiten durch Fertigungstoleranzen ein, so ergibt sich für die Thermokette mit 25 Thermoelementen eine Empfindlichkeit von $(555 \pm 29) \mu\text{V K}^{-1}$ und für die Thermokette mit 35 Thermoelementen eine Empfindlichkeit von $(776 \pm 41) \mu\text{V K}^{-1}$.

$$\begin{aligned} U(T) &= n S_{\text{TE}}(T) \frac{(R_{\text{Ker}} \parallel R_{\text{D}}) \parallel R_{\text{F}}}{2 R_{\text{A}} + (R_{\text{Ker}} \parallel R_{\text{D}}) \parallel R_{\text{F}}} (T_4 - T_1) \\ S(T) &= \frac{U(T)}{(T_4 - T_1)} = n S_{\text{TE}}(T) \underbrace{\frac{(R_{\text{Ker}} \parallel R_{\text{D}}) \parallel R_{\text{F}}}{2 R_{\text{A}} + (R_{\text{Ker}} \parallel R_{\text{D}}) \parallel R_{\text{F}}}}_M \end{aligned} \quad (5.3)$$

$$M(R_{\text{A}}) = 1 - \frac{2 R_{\text{A}}}{(R_{\text{Ker}} \parallel R_{\text{D}}) \parallel R_{\text{F}}} + \mathcal{O}(R_{\text{A}}^2) \quad (5.4)$$

In Gl. (5.3) ist die Abhängigkeit der Empfindlichkeit $S(T)$ von dem mit M bezeichneten Term des Verhältnisses der thermischen Widerstände zu erkennen. Der Einfluss des äußeren Widerstandes R_{A} auf $S(T)$ lässt sich durch eine Taylor-Entwicklung [Bro08, S. 57] von M im Arbeitspunkt $R_{\text{A}} = 0 \text{ K W}^{-1}$ zeigen (Gl. (5.4)). Der Arbeitspunkt stellt den Fall eines idealen Kontakts dar, die Empfindlichkeit ist somit maximal. Mit steigendem R_{A} , der wesentlich durch den Kontaktwiderstand beeinflusst wird, werden der Wert von M und damit die Empfindlichkeit kleiner.

5.1.2 Metall-Multilagen

Die klassische Modellvorstellung der Thermoelement-Theorie geht von homogenen und isotropen Stoffeigenschaften des Leiters aus [Ben98]. Daher ist der Seebeck-Koeffizient ein Skalar und in einem Leiter lediglich von eventuell vorhandenen

Inhomogenitäten abhängig. Betrachtet man den Seebeck-Effekt in einem Körper mit anisotropen thermoelektrischen Eigenschaften, so sind die Größen spezifische elektrische Leitfähigkeit γ , Wärmeleitfähigkeit λ und Seebeck-Koeffizient σ Tensoren 2. Stufe [Kya07, S. 20]. Daher entstehen bei einem in einer Koordinatenrichtung vorhandenen Temperaturgradienten bzw. einem daran gekoppelten Wärmestrom elektrische Spannungen in allen drei Koordinatenrichtungen. Dieser sogenannte Transversale Seebeck-Effekt kann bei Materialien mit natürlicher Anisotropie, wie z.B. bestimmten Halbleitern [Tat90; Len92; Hub97] und bei Materialien mit künstlich erzeugter Anisotropie [Fis04; Kya04; Rei11] nachgewiesen und genutzt werden.

5.1.2.1 Aufbau

Für den Aufbau dieser Bauform wurde die Herstellung eines Materials mit künstlicher Anisotropie gewählt. Diese kann durch den Schnitt eines Schichtaufbaus unter einem Winkel $0^\circ < \beta < 90^\circ$ erreicht werden. Bei der Auswahl der Materialien fiel die Wahl aufgrund der Verfügbarkeit als Plattenmaterial, der guten Schweißbarkeit und einem bereits bekannten erfolgreichen Versuch [Fis04] auf die Materialien des Thermoelement-Typs E, CuNi (Konstantan) und NiCr (Chromel). Mit diesem Material wurde durch die Fa. *IFW* (siehe Tab. A.11) ein prismatischer Schichtaufbau zu einem Block diffusionsschweißte. Anschließend wurde aus diesem Block durch die Fa. *WFM* (siehe Tab. A.11) ein Zylinder unter einem Winkel von $\beta = 45^\circ$ herausgerodiert, aus

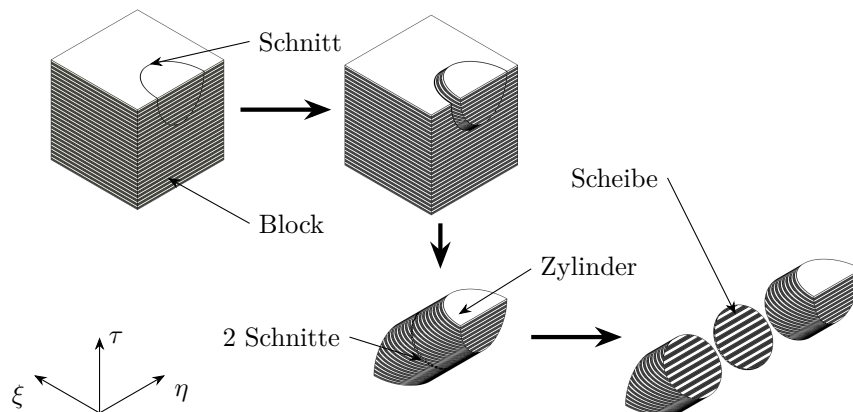


Abbildung 5.4: Schema der Herstellung des Schichtaufbaus aus CuNi-NiCr Multilagen. Aus dem Block wird unter einem Winkel von 45° ein Zylinder herausgerodiert. Dieser wird anschließend in der zu seiner Mittelachse normalen Ebene in Scheiben geschnitten. Schichtdicke nicht maßstabsgerecht.

dem Scheiben geschnitten wurden (Abb. 5.4, Abb. 5.5).

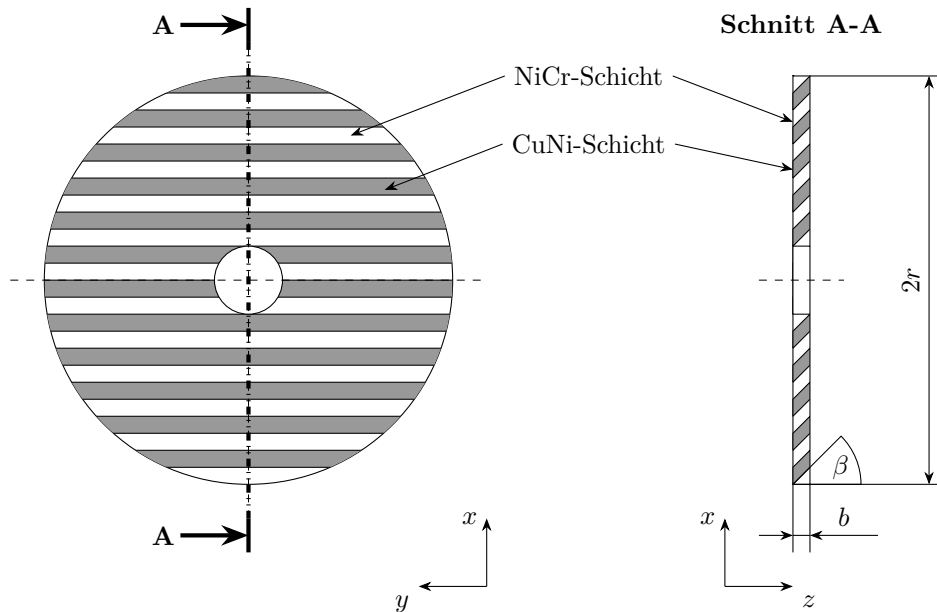


Abbildung 5.5: WSS aus CuNi-NiCr Multilagen. Dargestellt ist die Draufsicht (links) und ein Schnitt entlang A-A (rechts). Schichtdicke nicht maßstabsgerecht.

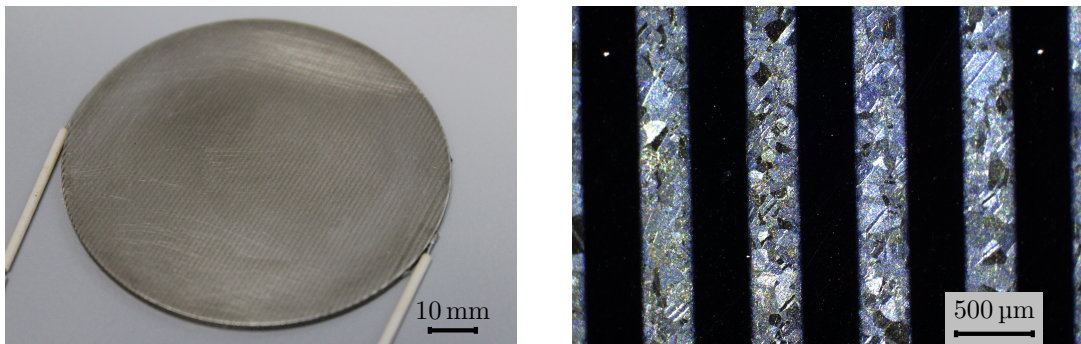


Abbildung 5.6: WSS mit Metall-Multilagen (links) und Mikroskop-Aufnahme (4-fache Vergrößerung) eines Schiffs des Schichtaufbaus (rechts).

5.1.2.2 Empfindlichkeit

Die im Folgenden gezeigte Berechnung der Empfindlichkeit ist an die Vorgehensweise aus [Kya07] angelehnt, die für die vorliegende Anwendung angepasst und erweitert wurde. Es wird ein winkelabhängiges Modell aus den Materialeigenschaften senkrecht (Index \perp) und parallel (Index \parallel) zur Schichtung der Werkstoffe erstellt. Neben dem

Winkel β ist das Schichtdickenverhältnis ν der beiden Materialien ein Einstellparameter. Hier wurde $\nu = 1$ gewählt. Die Empfindlichkeit wird für $\beta = 45^\circ$ maximal [Fis04], weshalb dieser Wert entsprechend gewählt wurde.

$$\lambda_{\perp} = \frac{\lambda_{\text{CuNi}} \lambda_{\text{NiCr}} (1 + \nu)}{\nu \lambda_{\text{CuNi}} + \lambda_{\text{NiCr}}} \quad (5.5)$$

$$\sigma_{\perp} = \frac{\sigma_{\text{CuNi}} \lambda_{\text{NiCr}} + \nu \sigma_{\text{NiCr}} \lambda_{\text{CuNi}}}{\nu \lambda_{\text{CuNi}} + \lambda_{\text{NiCr}}} \quad (5.6)$$

$$\lambda_{\parallel} = \frac{\lambda_{\text{CuNi}} + \nu \lambda_{\text{NiCr}}}{1 + \nu} \quad (5.7)$$

$$\sigma_{\parallel} = \frac{\sigma_{\text{CuNi}} \gamma_{\text{CuNi}} + \nu \sigma_{\text{NiCr}} \gamma_{\text{NiCr}}}{\gamma_{\text{CuNi}} + \nu \gamma_{\text{NiCr}}} \quad (5.8)$$

Zur Beschreibung der Eigenschaften des Schichtaufbaus ist die Kenntnis der Materialeigenschaften absoluter Seebeck-Koeffizient σ , Wärmeleitfähigkeit λ und spezifische elektrische Leitfähigkeit γ der beiden Materialien erforderlich. Diese sind in Tab. 5.2 aufgelistet, wobei hinsichtlich der Bezugstemperaturen und Unsicherheiten dasselbe wie bei den Daten der Thermokette (Abschnitt 5.1.1.2) gilt. Für das Modell werden die Materialeigenschaften parallel und senkrecht zur Schichtung benötigt, die mit Hilfe der Gln. (5.5) bis (5.8) berechnet werden können. Setzt man die Werte aus Tab. 5.2 in die Gleichungen ein, erhält man die erforderlichen Werte (Tab. 5.3).

$$\mathbf{\lambda}_{\tau\eta\xi} = \begin{bmatrix} \lambda_{\parallel} & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_{\parallel} & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{\perp} \end{bmatrix} \quad \mathbf{\sigma}_{\tau\eta\xi} = \begin{bmatrix} \sigma_{\parallel} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{\parallel} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{\perp} \end{bmatrix} \quad (5.9)$$

Tabelle 5.2: Materialeigenschaften von NiCr und CuNi mit zugehöriger Standardunsicherheit.

Parameter	NiCr	CuNi	Quelle
$\sigma / \mu\text{V K}^{-1}$ bei 50°C ^a	$21,90 \pm 1,10$	$-41,34 \pm 2,07$	[Ber14]
$\lambda / \text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$19,00 \pm 0,95$ ^b	$23,00 \pm 0,53$ ^c	[Mad91]
$\gamma / \mu\Omega^{-1} \text{m}^{-1}$ ^a	$1,40 \pm 0,07$	$2,00 \pm 0,10$	[Dav97]

^a Annahme einer relativen Standardunsicherheit von $\pm 5\%$

^b bei $99,85^\circ\text{C}$

^c bei $21,85^\circ\text{C}$

Tabelle 5.3: Materialeigenschaften senkrecht und parallel zur Schichtung.

Parameter	λ_{\perp}	σ_{\perp}	λ_{\parallel}	σ_{\parallel}
Einheit	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$\mu\text{V K}^{-1}$	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$\mu\text{V K}^{-1}$
Wert	21,7	-2,01	22,15	-13,44

Die jeweiligen Materialeigenschaften senkrecht und parallel zur Schichtung werden in Tensoren 2. Stufe angeordnet (5.9). Zur Einführung einer Winkelabhängigkeit wird eine Transformation (Rotation um die y -Achse) mittels der orthogonalen Transformationsmatrix Ψ [Bro08, S. 235] durchgeführt. Hierbei wird eine Koordinatentransformation mit Ψ (5.10) und eine geometrische Transformation mit Ψ^{-1} durchgeführt (Abb. 5.7). Durch die Orthogonalität von Ψ kann die Inverse durch die Transponierte ersetzt werden und die Transformation entsprechend $\mathbf{X}_{xyz} = \Psi' \mathbf{X}_{\tau\eta\xi} \Psi$ auf die Tensoren (5.9) angewendet werden.

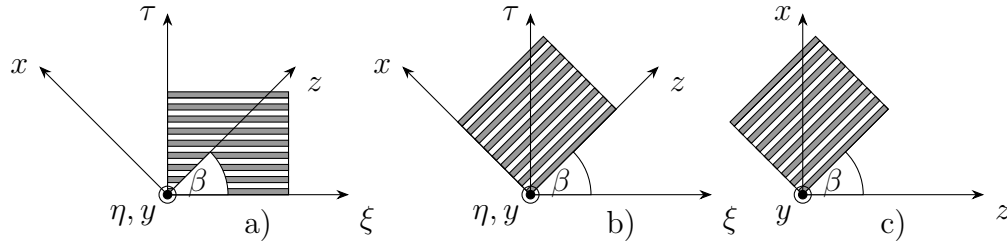


Abbildung 5.7: Ablauf der Transformation des Tensors von links nach rechts: a) Ausgangssituation. b) Geometrische Transformation des Schichtaufbaus aus Koordinatensystem (τ, η, ξ) in Koordinatensystem (x, y, z) . c) Koordinatentransformation von Koordinatensystem (x, y, z) auf Koordinatensystem (τ, η, ξ) .

Damit ergeben sich für λ_{xyz} und σ_{xyz} die Tensoren (5.11) und (5.12). In Verbindung mit einem Temperaturgradienten ∇T entsteht durch den Seebeck-Tensor (5.12) ein elektrisches Feld \vec{E} (5.13). Hierbei handelt es sich um ein eingepprägtes E-Feld, dadurch ist ein WSS dieser Bauform inhärent kurzschlussfest, wenn aufgrund ausreichend großer Dicke des Sensors die Auswirkungen von elektromagnetischen Effekten auf dem Rand des E-Feldes vernachlässigt werden können. Dies ist bei den vorliegenden Sensoren gegeben.

$$\Psi = \begin{bmatrix} \cos \beta & 0 & -\sin \beta \\ 0 & 1 & 0 \\ \sin \beta & 0 & \cos \beta \end{bmatrix} \quad (5.10)$$

$$\boldsymbol{\lambda}_{xyz} = \begin{bmatrix} \lambda_{\parallel} \cos^2 \beta + \lambda_{\perp} \sin^2 \beta & 0 & \frac{1}{2} (\lambda_{\parallel} - \lambda_{\perp}) \sin(2\beta) \\ 0 & \lambda_{\parallel} & 0 \\ \frac{1}{2} (\lambda_{\parallel} - \lambda_{\perp}) \sin(2\beta) & 0 & \lambda_{\parallel} \cos^2 \beta + \lambda_{\perp} \sin^2 \beta \end{bmatrix} \quad (5.11)$$

$$\boldsymbol{\sigma}_{xyz} = \begin{bmatrix} \sigma_{\parallel} \cos^2 \beta + \sigma_{\perp} \sin^2 \beta & 0 & \frac{1}{2} (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \\ 0 & \sigma_{\parallel} & 0 \\ \frac{1}{2} (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) & 0 & \sigma_{\parallel} \cos^2 \beta + \sigma_{\perp} \sin^2 \beta \end{bmatrix} \quad (5.12)$$

$$\vec{E} = \begin{pmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{\parallel} \cos^2 \beta + \sigma_{\perp} \sin^2 \beta & 0 & \frac{1}{2} (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \\ 0 & \sigma_{\parallel} & 0 \\ \frac{1}{2} (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) & 0 & \sigma_{\parallel} \cos^2 \beta + \sigma_{\perp} \sin^2 \beta \end{bmatrix} \nabla T \quad (5.13)$$

Im hier vorliegenden Fall wird der Temperaturgradient durch die Transportvorgänge im Ausgleichsblock bestimmt. Wie in Gl. (4.3) gezeigt, lassen diese sich vorteilhaft in Zylinderkoordinaten beschreiben. Der Zusammenhang zwischen der Beschreibung der Komponenten des Temperaturgradienten in kartesischen Koordinaten und in Zylinderkoordinaten ist durch Gl. (5.14) gegeben [Bro08, S. 711]. Die z -Komponente ist in beiden Darstellungen identisch (vgl. Abb. 4.3).

$$\begin{aligned} \frac{\partial T}{\partial x} &= \frac{\partial T}{\partial \rho} \cos \varphi - \frac{\partial T}{\partial \varphi} \sin \varphi \\ \frac{\partial T}{\partial y} &= \frac{\partial T}{\partial \rho} \sin \varphi + \frac{\partial T}{\partial \varphi} \cos \varphi \end{aligned} \quad (5.14)$$

Aufgrund des rotationssymmetrischen Aufbaus des Ausgleichsblocks, des Einsatzes von Schildheizungen und der hohen Wärmeleitfähigkeit des Kupfers können einige vereinfachende Annahmen getroffen werden. Zuerst kann durch die Rotationssymmetrie das Temperaturfeld als vom Polarwinkel φ unabhängig angenommen werden ($\frac{\partial T}{\partial \varphi} = 0 \text{ K rad}^{-1}$). Dadurch kann der Polarwinkel beliebig relativ zu dem kartesischen Koordinatensystem des WSS gewählt werden, für $\varphi = 0 \text{ rad}$ gilt $\frac{\partial T}{\partial x} = \frac{\partial T}{\partial \rho}$.

Bei den vorliegenden WSS wird die Spannung in x -Richtung gemessen, um den Wärmestrom bzw. den Temperaturgradienten in z -Richtung zu bestimmen. Es wird daher im Folgenden nur die x -Komponente von (5.13) betrachtet. Integration von

Gl. (5.13) entlang des Radius r ergibt Gl. (5.15). Da der Temperaturgradient rotationssymmetrisch ist, ist er auch in x -Richtung axialsymmetrisch bezüglich der y -Achse. Damit heben sich die Beträge der Integrale mit $\frac{\partial T}{\partial x}$ als Integranden auf (5.16). Weiterhin kann der Temperaturgradient in z -Richtung als über dem Radius konstant angenommen werden, so dass sich die Spannung am Sensor gemäß Gl. (5.17) ergibt.

$$U_x = \int_0^{2r} \left((\sigma_{\parallel} \cos^2 \beta + \sigma_{\perp} \sin^2 \beta) \frac{\partial T}{\partial x} + \frac{1}{2} (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \frac{\partial T}{\partial z} \right) dx \quad (5.15)$$

$$\int_0^r \frac{\partial T}{\partial x} dx = - \int_r^{2r} \frac{\partial T}{\partial x} dx \quad (5.16)$$

$$\begin{aligned} U_x &= \int_0^{2r} \frac{1}{2} (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \frac{\Delta T_z}{b} dx \\ &= (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \frac{r}{b} \Delta T_z \end{aligned} \quad (5.17)$$

$$S(\Delta T_z) = \frac{U_x}{\Delta T_z} = (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \frac{r}{b} \quad (5.18)$$

Anders als bei den WSS mit Thermokette ist kein zusätzliches Modell zur Berechnung der Empfindlichkeit notwendig, da der Sensorkörper nur aus einem Teil besteht. Die Empfindlichkeit $S(\Delta T_z)$ berechnet sich mittels Gl. (5.18) und den Werten aus Tab. 5.2 zu $(155 \pm 16) \mu\text{V K}^{-1}$. Auch hier ist zusätzlich der Einfluss der Kontaktwiderstände zu berücksichtigen (Abschnitt 5.3.3).

5.2 Auswahl eines Sensorprinzips

Zur Auswahl eines der beiden Sensorprinzipien für den Einsatz im Blockkalibrator werden die geforderten und die vorhandenen Eigenschaften der beiden Sensorprinzipien verglichen. Die Funktionsfähigkeit beider Prinzipien konnte in Testmessungen auf dem in Abschnitt 5.3 gezeigten Kalibrieraufbau nachgewiesen werden [Hoh14; Frö15]. Tabelle 5.4 zeigt den Erfüllungsgrad geforderter Eigenschaften. Dieser wird nicht absolut, sondern relativ zwischen den beiden Sensorprinzipien bewertet.

Die Bewertung der Eigenschaften zeigt, dass die WSS mit Multilagern für den Einsatz im Blockkalibrator besser geeignet sind als die WSS mit Thermokette. Der Nachteil der niedrigeren Empfindlichkeit kann durch den vorgeschalteten Mess-

Tabelle 5.4: Vergleich der Soll- und Ist-Eigenschaften der Wärmestromsensoren. Mit „+“ bewertete Eigenschaften sind besser erfüllt, mit „-“ bewertete Eigenschaften sind nicht oder schlechter erfüllt. Mit „0“ bewertete Eigenschaften können durch Modifikationen erfüllt werden.

Geforderte Eigenschaft	WSS mit Thermokette	WSS mit Multilagen
Kurzschlussfestigkeit	0	+
Mechanische Stabilität	-	+
Hohe Empfindlichkeit	+	0
Niedrige Querempfindlichkeit	+	0
Thermische Kopplung zum Ausgleichsblock	0	+
Herstellungskosten	-	0

verstärker (Abb. 4.4) kompensiert werden, während die Querempfindlichkeit auf Grund des rotationssymmetrischen Aufbaus eine untergeordnete Rolle spielt (vgl. Abschnitt 5.1.2.2).

5.3 Kalibrierung

Die Kalibrierung der WSS erfolgte mittels eines eigens dafür entwickelten Aufbaus [Hoh14; Frö15]. Das Funktionsprinzip dieses Aufbaus ist auf den Anwendungsfall der WSS im Blockkalibrator abgestimmt. Wie in Abschnitt 4.3 beschrieben, wird im Blockkalibrator der axiale Wärmestrom mittels der Regelung der Heizzonen minimiert. Die Aufgabe der WSS ist somit die Nulldetektion, da sie lediglich Vorhandensein und Richtung eines Wärmestromes detektieren müssen. Somit müssen sie nicht mit einem eingprägten Wärmestrom kalibriert werden, dessen Absolutwert genau bekannt ist. Hier sind lediglich die Richtung des Wärmestroms sowie die daraus resultierenden Temperaturdifferenzen zwischen den beiden Seiten des WSS von Interesse. Diese Temperaturdifferenzen können in dem gezeigten Aufbau (Abb. 5.8) eingestellt und bestimmt werden, wodurch eine Kalibrierung möglich ist. Zu diesem Zweck werden die Oberflächentemperaturen des WSS mit Hilfe einer Methode bestimmt, die aus der Kalibriertechnik für berührende Oberflächenthermometer bekannt ist. Hierbei wird anhand der Messwerte von in den zwei Prüfkörpern verteilten Thermoelementen auf die jeweilige Oberflächentemperatur des Prüfkörpers extrapoliert, welche im Idealfall der Oberflächentemperatur des zwischen den Prüfkörpern eingebrachten WSS entspricht.

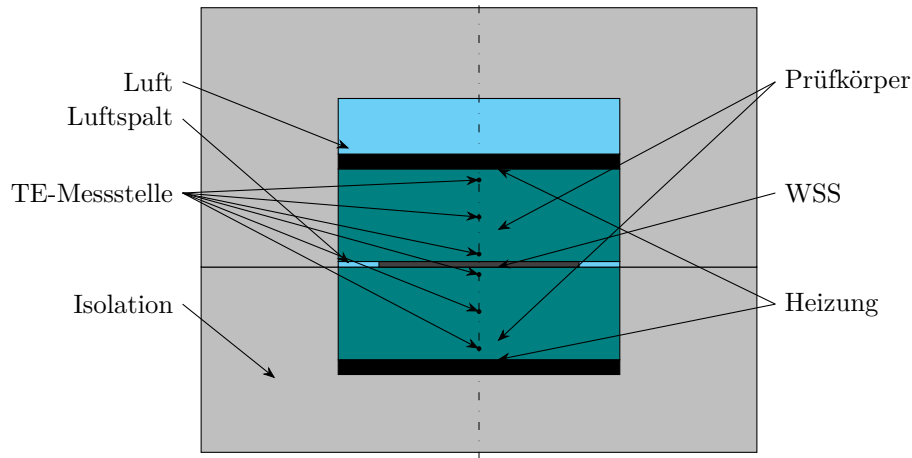


Abbildung 5.8: Schema des mechanischen Aufbaus zur Kalibrierung der WSS. Der zu kalibrierende WSS wird zwischen zwei Prüfkörpern eingebracht. Der obere Prüfkörper ist innerhalb der Isolation vertikal verschiebbar, um unterschiedliche Höhen unterschiedlicher WSS auszugleichen.

Der Aufbau besteht aus zwei zylindrischen Prüfkörpern (Stahl 1.4301), auf denen jeweils eine scheibenförmige Heizung befestigt ist. Diese dienen der Bereitstellung von konstanten und bekannten Oberflächentemperaturen. In die Prüfkörper sind Thermoelemente des Typs K entlang der Mittelachse eingebracht. Die beiden Prüfkörper haben einen Durchmesser von 76 mm und eine Höhe von 25 mm, die Geometrie des Luftspaltes hängt von der Geometrie des zu kalibrierenden WSS ab. Die Prüfkörper sind an drei Seiten von einer Isolation aus Erdalkalisilikatwolle ($\lambda = 0,08 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ bei 200°C [Rat12]¹) umgeben.

Die von den oben und unten angebrachten Heizungen abgegebene Heizleistung kann individuell geregelt werden. Damit können Temperaturdifferenzen zwischen den Oberflächentemperaturen eingestellt werden, wobei im vorliegenden Fall der Bereich von -200 mK bis 200 mK mit einer kombinierten Standardunsicherheit von 240 mK gewählt wurde. Durch die Regression bei der Auswertung der Kalibrierung (Abschnitt 5.3.2) wird der Einfluss dieser Unsicherheit verringert, so dass der gezeigte Aufbau für die Kalibrierung verwendbar ist.

5.3.1 Bestimmung der Oberflächentemperatur

Da Oberflächentemperaturen mit Kontaktthermometern nicht rückwirkungsfrei gemessen werden können, hat sich in der Kalibrierung von Oberflächentemperatur-

¹Hersteller gibt keine Unsicherheit an

Tastfühlern ein Verfahren etabliert, um Oberflächentemperaturen rechnerisch zu bestimmen [Ber14, S. 183; Ber98]. Hier wird auf Basis von in einem Körper gemessenen Temperaturen durch einen Funktionsansatz auf die Oberflächentemperatur extrapoliert. Im hier gezeigten Kalibrieraufbau dienen die Messwerte der jeweiligen 3 Thermoelemente (Abb. 5.8) in den Prüfkörpern als Stützstellen eines Polynoms 2. Ordnung (5.19), wobei die Positionen der Thermoelemente im jeweiligen Prüfkörper über die Höhe h berücksichtigt werden. Dieses Polynom wird an den jeweiligen Oberflächen der Prüfkörper ausgewertet, wodurch die extrapolierten Oberflächentemperaturen bestimmt werden. Diese Oberflächentemperaturen dienen sowohl als Basis für die Kalibrierung als auch als Regelgrößen für die Regelung der Heizleistungen.

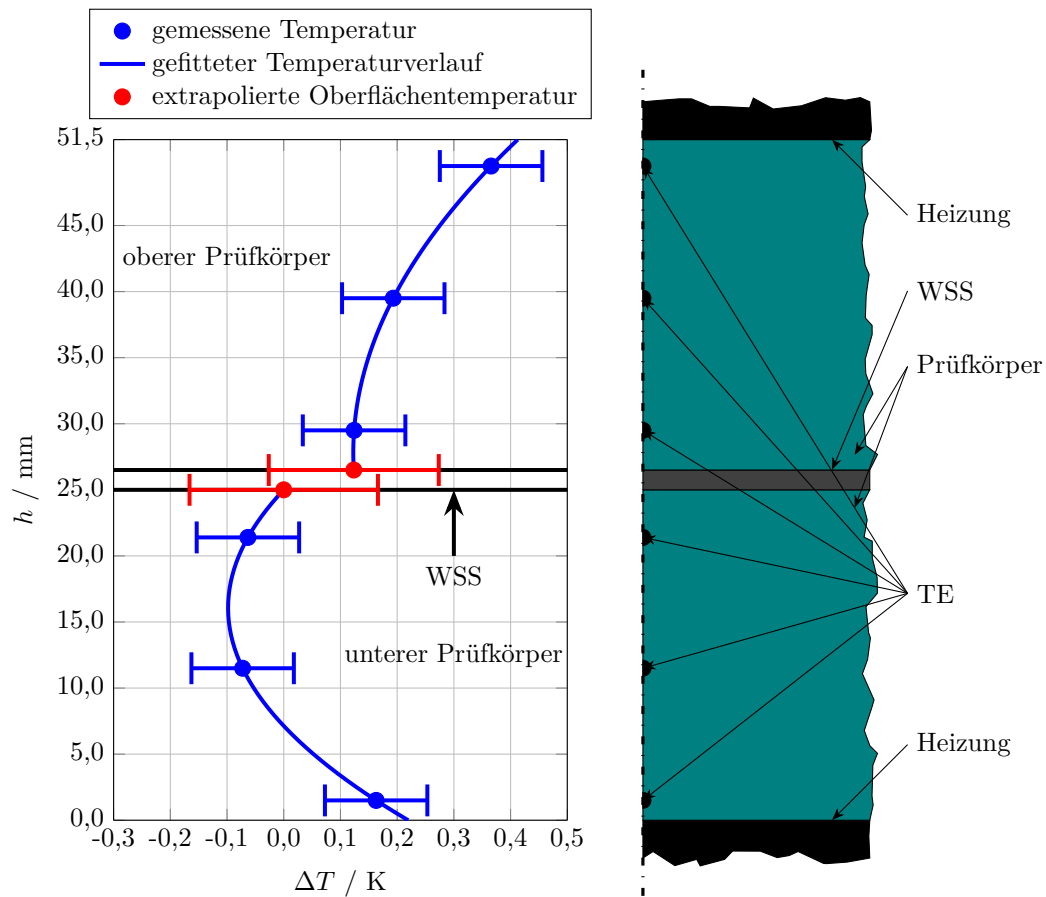


Abbildung 5.9: Temperaturverteilung über die Höhe h in den Prüfkörpern und daraus extrapolierte Oberflächentemperaturen während der Kalibrierung. Dargestellt sind die Temperaturdifferenzen vom eingestellten Sollwert von $50\text{ }^{\circ}\text{C}$. Die Fehlerbalken geben die kombinierte Standardunsicherheit entsprechend Kapitel 8 an. Rechts ist der entsprechende Ausschnitt aus dem Schema des Kalibrieraufbaus (Abb. 5.8) dargestellt.

$$\vartheta(h) = a h^2 + b h + c \quad (5.19)$$

Da der Aufbau rundum von Isolation umgeben ist und über keine aktive Wärmesenke verfügt, tritt Wärmeleitung in alle Koordinatenrichtungen auf. Dies wird in Abb. 5.9 deutlich. Die tiefste Temperatur liegt im Bereich unter dem WSS ($10 \text{ mm} \leq h \leq 25 \text{ mm}$). Die Asymmetrie ist durch ungleichmäßige Kontaktwiderstände zwischen den beiden Prüfkörpern und den jeweils anliegenden Teilen der Isolation erklärbar.

5.3.2 Empfindlichkeitsbestimmung

Das Ziel der Kalibrierung ist die Bestimmung der Empfindlichkeit S und des Offsets U_0 des Sensorsignals U_{WSS} in Abhängigkeit der Temperaturdifferenz ΔT (5.20) für die drei im Blockkalibrator eingesetzten WSS. Im folgenden bezeichnet WSS_U den unteren WSS (am Boden der MFPZ), WSS_M den mittleren WSS (auf dem Deckel der MFPZ) und WSS_O den oberen WSS (oberhalb der Zone homogener Temperatur). Der Erwartungswert von U_0 ist bei den beiden Bauformen der WSS unterschiedlich: während bei der Variante mit Multilagten prinzipbedingt $U_0 = 0 \text{ V}$ ist, sofern kein Temperaturgradient in x -Richtung vorhanden ist, können Materialinhomogenitäten in den Zuleitungen der Variante mit Thermoketten eine Offsetspannung verursachen.

$$U_{\text{WSS}} = U_0 + S \Delta T \quad (5.20)$$

Zur Bestimmung der Empfindlichkeit werden die extrapolierten Oberflächentemperaturen T_o und T_u verwendet (5.21). Diese sind mit Fehlern behaftet, da die Extrapolation, statische und dynamische thermische Messabweichungen und durch die elektrische Messung verursachten Messabweichungen zu einer scheinbaren Temperaturmessabweichung δT führen.

$$U_{\text{WSS}} = U_0 + S [(T_\text{o} + \delta T_\text{o}) - (T_\text{u} + \delta T_\text{u})] \quad (5.21)$$

Um den Einfluss dieser Fehler zu minimieren, wird die Kalibrierung bei mehreren Temperaturdifferenzen durchgeführt und die Empfindlichkeit mittels der linearen Ausgleichsrechnung bestimmt (Abb. 5.10). Dies geschieht unter der Annahme, dass die Fehler während der Kalibrierung mit verschiedenen Temperaturdifferenzen konstant

Tabelle 5.5: Ermittelter Offset während der Kalibrierung der drei WSS (Oben, Mitte, Unten) für verschiedene Temperaturen in μV . Die kombinierten Standardunsicherheiten wurden entsprechend dem Vorgehen in Kapitel 8 ermittelt.

Sensor	$\vartheta / ^\circ\text{C}$			
	50	100	150	200
WSS _O	$1,192 \pm 0,017$	$3,641 \pm 0,016$	$6,419 \pm 0,012$	$9,274 \pm 0,046$
WSS _M	$0,683 \pm 0,093$	$2,106 \pm 0,091$	$3,990 \pm 0,173$	$6,253 \pm 0,095$
WSS _U	$0,113 \pm 0,055$	$0,830 \pm 0,050$	$2,107 \pm 0,052$	$4,158 \pm 0,054$

bleiben, was anhand des linearen Zusammenhangs der gemessenen Signale und der entsprechenden Temperaturdifferenzen als zutreffend angesehen werden kann. Der in der Ausgleichskurve auftretende Offset (Tab. 5.5) resultiert aus einem während der Kalibrierung konstanten Fehler in der Temperaturdifferenz, welcher für die Bestimmung der Empfindlichkeit nicht relevant ist. Dieser kann zum einen durch die Temperaturmessung und zum anderen durch thermische Kontaktwiderstände zwischen WSS und Prüfkörper verursacht werden. Es handelt sich hierbei nicht um die Offsetspannung U_0 aus Gl. (5.20), welche durch das Sensorprinzip und nicht vom Kalibrieraufbau verursacht wird.

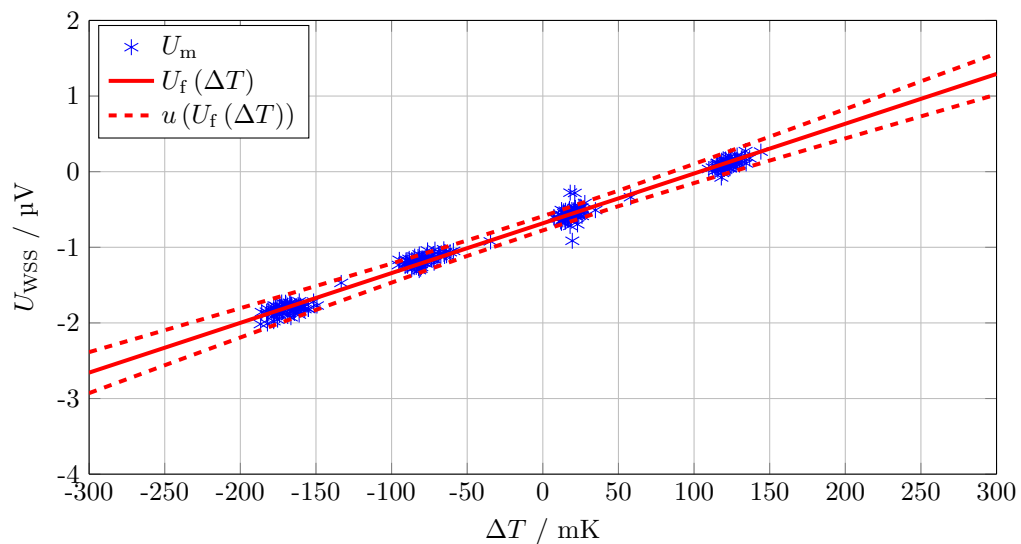


Abbildung 5.10: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem mittleren WSS (WSS_M). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 50^\circ\text{C}$. Die Strichlinien zeigen die kombinierte Standardunsicherheit $u(U_f(\Delta T))$ der Ausgleichsgeraden entsprechend dem Vorgehen in Kapitel 8.

Tabelle 5.6 zeigt die durch die Kalibrierung ermittelten Empfindlichkeiten der drei WSS mit zugehörigen kombinierten Standardunsicherheiten. Insgesamt sind die messtechnisch ermittelten Empfindlichkeiten zwei Größenordnungen kleiner als die theoretisch mit Gl. (5.18) bestimmte. Dies spricht für das Vorhandensein von thermischen Kontaktwiderständen entsprechend der Abschätzung in Abschnitt 5.3.3, mit der die Größenordnung der Empfindlichkeitsabweichungen erklärbar ist. Die Kontaktwiderstände werden zum einen durch den Anpressdruck zwischen Prüfkörper und WSS und zum anderen durch die Geometrie der beiden Körper (Formabweichungen von der Ebene, Oberflächenrauheit) beeinflusst. Da während der Fertigung der WSS die Scheiben eingespannt wurden, um die zentrische Bohrung auszuführen, ist eine Verformung und damit eine Formabweichung nicht auszuschließen. Die Unterschiede zwischen den gemessenen Empfindlichkeiten der einzelnen Sensoren, insbesondere von WSS_O im Vergleich zu den übrigen, können somit aus solchen Formabweichungen resultieren. Die genauen Ursachen für die abweichenden Werte von WSS_O sind aktuell jedoch noch nicht abschließend geklärt. Die bei der Kalibrierung ermittelten Empfindlichkeiten können jedoch zur Regelung im Blockkalibrator eingesetzt werden, da hinsichtlich Anpressdruck und Geometrie des Ausgleichsblockes vergleichbare Bedingungen wie im Kalibrieraufbau zu erwarten sind. Weiterhin führt die Unsicherheit der Empfindlichkeit lediglich zu einem dynamischen Fehler im Temperaturprofil, da die Nulldetektion von der Empfindlichkeit unabhängig ist. Im eingeschwungenen Zustand, in dem der Blockkalibrator während der Kalibrierung betrieben wird, spielt die Unsicherheit der Empfindlichkeit damit für die Regelung eine untergeordnete Rolle und beeinflusst nur in einem Effekt zweiter Ordnung die Unsicherheit der Nulldetektion (vgl. Abschnitt 8.3).

Tabelle 5.6: Ermittelte Empfindlichkeit der drei WSS (Oben, Mitte, Unten) für verschiedene Temperaturen in $\mu V K^{-1}$. Als Vergleichswert sind die theoretischen Empfindlichkeiten angegeben. Die kombinierten Standardunsicherheiten wurden entsprechend dem Vorgehen in Kapitel 8 ermittelt.

Sensor	$\vartheta / ^\circ C$			
	50	100	150	200
WSS_O	0,941 \pm 0,180	1,186 \pm 0,121	0,740 \pm 0,080	0,857 \pm 0,184
WSS_M	6,582 \pm 0,848	7,317 \pm 0,574	8,120 \pm 0,701	9,326 \pm 0,368
WSS_U	3,695 \pm 0,500	4,074 \pm 0,226	4,218 \pm 0,535	4,974 \pm 0,297
Theoretisch	155 \pm 32	201 \pm 36	218 \pm 38	233 \pm 40

5.3.3 Einfluss der Kontaktwiderstände

Während die Materialeigenschaften und die Geometrien des Sensoraufbaus und damit die thermischen Widerstände im Rahmen der Unsicherheiten bekannt sind, stellen die Kontaktwiderstände [Lie08, S. 201] einen großen Unsicherheitsbeitrag bei der Modellierung des Sensors und damit der Bestimmung der theoretischen Empfindlichkeit dar. Zur Verdeutlichung des Einflusses der Kontaktwiderstände kann wiederum ein elektrothermisches Analogiemodell (Abb. 5.11) dienen. Hier entspricht $T_o - T_u$ der Temperaturdifferenz über dem Sensor und $T_2 - T_1$ der Temperaturdifferenz zwischen den Oberflächen der Prüfkörper.

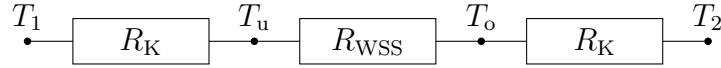


Abbildung 5.11: Elektrothermisches Modell des WSS mit Metall-Multilagen. R_K ist der thermische Kontaktwiderstand zwischen WSS und Messobjekt, R_{WSS} ist der thermische Widerstand des Sensors.

Aus der Kombination der Gln. (5.17) und (5.22) ergibt sich Gl. (5.23). Diese beschreibt die Empfindlichkeit S_K bei vorhandenen Kontaktwiderständen und kann zu deren Abschätzung dienen. Analog zur Betrachtung von Gl. (5.3) lässt sich hier ebenfalls der Einfluss des Kontaktwiderstandes anhand des Verhältnisses der thermischen Widerstände ermitteln. Die Taylor-Entwicklung von M im Arbeitspunkt $R_K = 0 \text{ K W}^{-1}$ (Gl. (5.24)) zeigt, dass mit steigendem Kontaktwiderstand R_K die Empfindlichkeit S_K kleiner wird.

$$\frac{T_o - T_u}{T_2 - T_1} = \frac{R_{WSS}}{R_{WSS} + 2 R_K} \quad (5.22)$$

$$\begin{aligned} S_K = \frac{U_x}{T_2 - T_1} &= (\sigma_{\parallel} - \sigma_{\perp}) \sin(2\beta) \frac{r}{b} \frac{R_{WSS}}{R_{WSS} + 2 R_K} \\ &= S \underbrace{\frac{R_{WSS}}{R_{WSS} + 2 R_K}}_M \end{aligned} \quad (5.23)$$

$$M(R_K) = 1 - \frac{2 R_K}{R_{WSS}} + \mathcal{O}(R_K^2) \quad (5.24)$$

Für die genauere Betrachtung der thermischen Widerstände und der Empfindlichkeiten muss deren Temperaturabhängigkeit berücksichtigt werden (5.25). Diese ergibt

sich bei der Empfindlichkeit S und dem Widerstand R_{WSS} durch die temperaturabhängigen Materialeigenschaften, welche den in Tab. 5.2 auf S. 42 angegebenen Quellen entnommen sind. Für S_K werden die Kalibrierwerte aus Tab. 5.6 auf S. 51 eingesetzt. Somit lässt sich für jeden Kalibrierwert ein Kontaktwiderstand R_K entsprechend dem Modell aus Abb. 5.11 berechnen (Gl. (5.26)).

$$S_K(T) = S(T) \frac{R_{\text{WSS}}(T)}{R_{\text{WSS}}(T) + 2 R_K(T)} \quad (5.25)$$

$$R_K(T) = \left(\frac{S(T)}{S_K(T)} - 1 \right) \frac{R_{\text{WSS}}(T)}{2} \quad (5.26)$$

Um die unhandliche Größe Kontaktwiderstand anschaulicher darzustellen, sind in Tab. 5.8 die Dicken der zu den ermittelten Kontaktwiderständen äquivalenten Luftspalte eingetragen. Diese ergeben sich unter der Annahme, dass der ermittelte Kontaktwiderstand dem thermischen Widerstand einer Luftschicht entspricht. Dieser berechnet sich mittels Gl. (5.27) aus der Dicke b und der Fläche A des Luftspaltes und der temperaturabhängigen Wärmeleitfähigkeit der Luft (Tab. 5.7).

$$R_K(T) = \frac{b}{\lambda(T) A} \quad (5.27)$$

Tabelle 5.7: Temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit der Luft bei 1×10^5 Pa mit zugehöriger Standardunsicherheit [Ste85].

$\vartheta / ^\circ\text{C}$	50	100	150	200
$\lambda / \text{mW m}^{-1} \text{K}^{-1}$	$27,88 \pm 1,11$	$31,38 \pm 1,26$	$34,72 \pm 1,34$	$37,93 \pm 1,52$

Tabelle 5.8: Aus der Modellbetrachtung ermittelte Dicken der den Kontaktwiderstände äquivalenten Luftspalte in mm.

Sensor	$\vartheta / ^\circ\text{C}$			
	50	100	150	200
WSS_O	0,382	0,354	0,642	0,611
WSS_M	0,054	0,056	0,058	0,055
WSS_U	0,097	0,102	0,112	0,104

Durch Umstellen von (5.27) nach b ergeben sich die Tabellenwerte. Die Anwendung dieses Modellansatzes zeigt, dass die Dicken der äquivalenten Luftspalte für WSS_M und WSS_U plausibel und nahezu konstant sind. Aufgrund der im Vergleich zu den beiden übrigen WSS kleineren ermittelten Empfindlichkeit S und der größeren Streuung dieser Werte (Tab. 5.6), sind für WSS_O abweichende Werte zu erwarten.

5.4 Einflüsse auf die Nulldetektion mit Wärmestromsensoren

Die Nulldetektion des Wärmestromes ist auf Grund von unerwünschten Einflussgrößen fehlerbehaftet. Im Folgenden werden systematische Abweichungen diskutiert, zufällige Abweichung werden im Zusammenhang mit der Unsicherheitsbetrachtung in Kapitel 8 behandelt.

5.4.1 Parasitäre Thermospannungen

In den Messleitungen der WSS entstehen durch an Materialpaarungen vorhandenen Temperaturgradienten, bspw. an Steck- und Klemmverbindungen, parasitäre Thermospannungen. Da sie auch an der Eingangsseite des Messverstärkers und damit vor den Relais zur Signalumpolung entstehen (vgl. Abschnitt 4.4), erzeugen sie eine Offset-Spannung auf den WSS-Signalen. Diese werden durch den Messverstärker

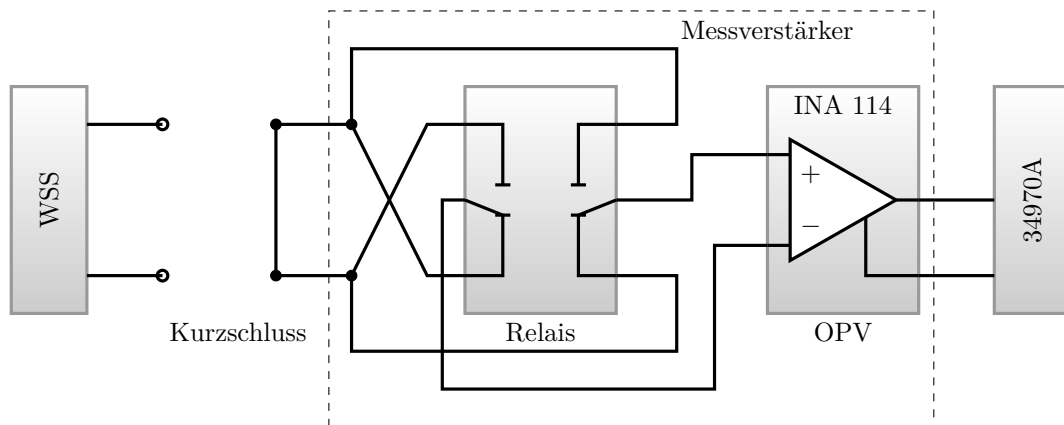


Abbildung 5.12: Schema des elektrischen Anschlusses bei der Messung der Kurzschlussspannungen für einen WSS-Kanal. Der WSS ist durch einen Kurzschluss an den Anschlussklemmen ersetzt. Das Relais ermöglicht die Umpolung des Signals.

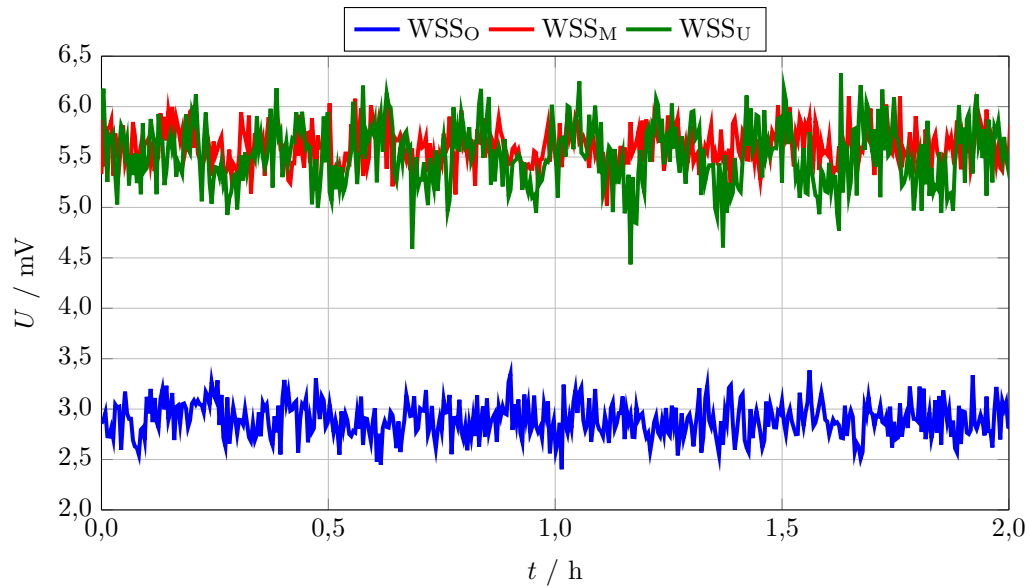


Abbildung 5.13: Bei nach Abb. 5.12 kurzgeschlossenen Messleitungen gemessene parasitäre Thermospannung der drei WSS-Kanäle.

mit Faktor 5001 verstärkt und stellen somit einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf die Nulldetektion dar. Zur Bestimmung und Korrektur dieses Einflusses wurden die Anschlussklemmen der WSS mit Drähten aus dem gleichen Material wie die Signalleitungen der WSS kurzgeschlossen (Abb. 5.12). Die so gemessenen Kurzschlussspannungen (Abb. 5.13) dienen als Abschätzung der parasitären Thermospannungen in den Messleitungen. Die Ursache der unterschiedlichen Pegel (WSS_O im Vergleich zu den anderen) ist aktuell nicht geklärt. Es zeigen sich jedoch reproduzierbar die dargestellten Werte, die über der Zeit stabil sind. Daher können die gewonnenen Korrekturwerte (Tab. 5.9) verwendet werden. Diese werden bei der Sensorsignalverarbeitung von den WSS-Signalen subtrahiert. Zur Verdeutlichung der Größenordnung kann bspw. die Empfindlichkeit des mittleren WSS (WSS_M) aus Tab. 5.6 herangezogen werden. Zusammen mit dem ermittelten Wert für WSS_M aus Tab. 5.9 ergibt sich eine Temperaturdifferenz von 153 mK, verursacht durch

Tabelle 5.9: Korrekturwerte der parasitären Thermospannung (mit Faktor 5001 verstärkt). Die kombinierte Standardunsicherheit wurde entsprechend dem Vorgehen in Kapitel 8 ermittelt.

Sensor	WSS _O	WSS _M	WSS _U
Korrekturwert / mV	$2,903 \pm 0,013$	$5,604 \pm 0,014$	$5,495 \pm 0,015$

die parasitäre Thermospannung. Dieser Fehlereinfluss kann durch die Korrektur kompensiert werden.

5.4.2 Parasitäre Wärmeströme

Da der elektrische Anschluss der WSS zwischen den Heizzonen hindurchgeführt werden muss und der Verbund aus Ausgleichsblock, Heizungsträger und WSS mechanisch möglichst stabil sein soll, wurde für den mechanischen Aufbau eine Konstruktion entsprechend Abb. 5.14 gewählt. Hier liegt der WSS sowohl auf dem Ausgleichsblock, als auch auf dem Heizungsträger auf. Dadurch ist gewährleistet, dass die Signalleitungen des WSS nicht durch die Heizungsträger beschädigt werden. Durch den Aufbau besteht jedoch die Möglichkeit, dass sowohl Wärmeströme im Ausgleichsblock als auch in den Heizungsträgern oder Kombinationen davon durch den WSS fließen.

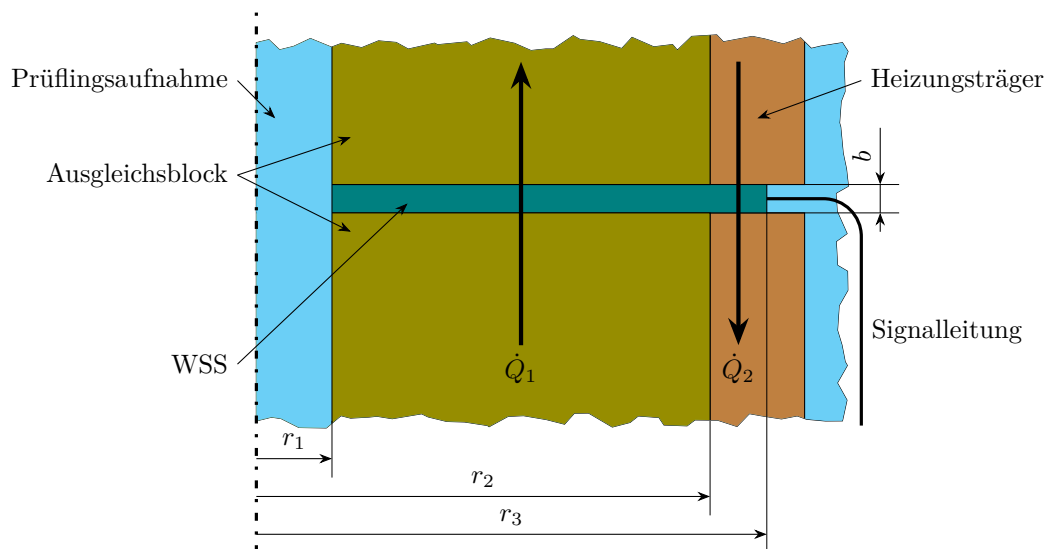


Abbildung 5.14: Schema der Einbausituation des oberen WSS mit Wärmeströmen \dot{Q}_1 und \dot{Q}_2 (Ausschnitt aus Abb. 4.1 auf S. 27). Weiterhin dargestellt sind der obere und der mittlere Teil des Ausgleichsblockes, die Heizzonen Oben und Mitte und die durch Prüflingsaufnahme und Übergang zwischen den Heizungsträgern entstehende Lufträume.

Die Abschätzung eines daraus resultierenden möglichen Fehlers bei der Nulldetektion lässt sich mittels Gl. (5.28) durchführen. Wird am WSS kein Wärmestrom detektiert, so können zwei Fälle vorliegen. Im ersten Fall ist kein Wärmestrom vorhanden, womit der im Blockkalibrator gewünschte Zustand eingestellt ist. Im zweiten Fall sind zwei Wärmeströme vorhanden, die sich entgegengesetzt sind und betragsmäßig

gleichen (\dot{Q}_1 und \dot{Q}_2 in Abb. 5.14). Dadurch heben sich die resultierenden Signale auf (vgl. Gl. (5.15)), und die Wärmeströme werden nicht detektiert.

Das Verhältnis der dadurch entstehenden Temperaturdifferenzen ΔT_1 und ΔT_2 (Gl. (5.32)) wird vom Verhältnis der Längen Δx bestimmt, über die das E-Feld integriert wird (vgl. Gl. (5.15)). Mit den vorhandenen Abmessungen ergibt sich damit ein Verhältnis von 0,171. Unter der Annahme von stückweise konstanten Temperaturgradienten kann somit eine Temperaturdifferenz zwischen den Heizungsträgern von $\Delta T_2 = 1$ K eine nicht detektierte Temperaturdifferenz von $\Delta T_1 = 171$ mK zwischen den Teilen des Ausgleichsblocks verursachen.

$$\dot{Q}_1 = \dot{Q}_2 \quad (5.28)$$

$$\frac{\Delta T_1}{R_{\text{th},1}} = \frac{\Delta T_2}{R_{\text{th},2}} \quad (5.29)$$

$$\frac{\Delta T_1 \pi (r_2^2 - r_1^2) \lambda}{b} = \frac{\Delta T_2 \pi (r_3^2 - r_2^2) \lambda}{b} \quad (5.30)$$

$$\Delta T_1 (r_2 + r_1) \underbrace{(r_2 - r_1)}_{\Delta x_1} = \Delta T_2 (r_3 + r_2) \underbrace{(r_3 - r_2)}_{\Delta x_2} \quad (5.31)$$

$$\frac{\Delta T_1}{\Delta T_2} = \frac{(r_3 + r_2)}{(r_2 + r_1)} \frac{\Delta x_2}{\Delta x_1} \quad (5.32)$$

Um den tatsächlichen Einfluss der parasitären Wärmeströme erfassen und korrigieren zu können, wurde der Effekt experimentell bestimmt. Mittels eines Pt100 (Durchmesser 1 mm, Mantelleitung) erfolgte die Ermittlung der Temperatur in der Prüflingsaufnahme jeweils auf der Ober- und der Unterseite des oberen und des mittleren Wärmestromsensors (WSS_O und WSS_M) bei verschiedenen Temperaturen im Bereich von 70 °C bis 430 °C. Abbildung 5.15 zeigt die während dieser Messungen gefunden Korrekturwerte für die WSS-Signale, mittels derer die aus den Temperaturmesswerten resultierenden Temperaturdifferenzen während der Messung minimiert wurden. In diese Korrekturwerte gefittete Korrekturfunktionen $\Delta T(\vartheta)$ wurden in der Sensorsignalverarbeitung des Blockkalibrators hinterlegt um den Einfluss der parasitären Wärmeströme zu korrigieren. Der untere WSS wurde hier nicht betrachtet, da dieser nicht Teil der Zone homogener Temperatur ist (vgl. Abschnitt 4.2). Die ermittelten Korrekturwerte haben die gleiche Größenordnung wie der theoretisch

mit Gl. (5.32) ermittelte Wert. Die unterschiedlichen Verläufe der Messwerte sind durch die unterschiedliche Kopplung der beiden WSS an den Blockkalibrator zu erklären. Während der obere WSS sowohl oben als auch unten den Ausgleichsblock berührt, liegt der mittlere WSS auf der MFPZ auf. Hierdurch liegen veränderte Wärmetransportbedingungen vor. Die unterschiedlichen Unsicherheiten sind durch die unterschiedliche Reproduzierbarkeit der Werte begründet (vgl. Kapitel 8).

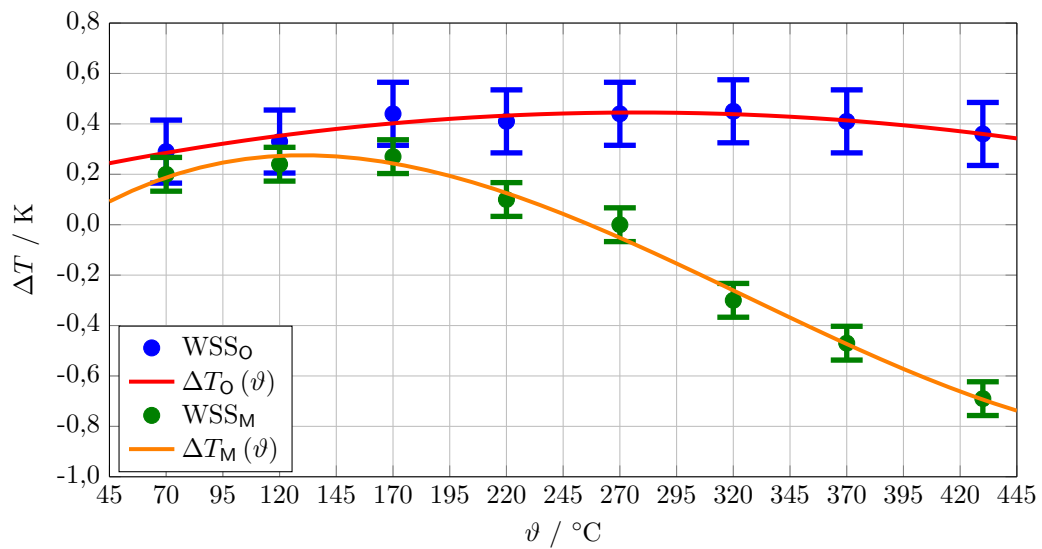


Abbildung 5.15: Korrekturwerte der durch parasitäre Wärmeströme verursachten Temperaturabweichungen für WSS_O und WSS_M sowie der Verlauf der daraus ermittelten Korrekturfunktionen 3. Grades. Die Fehlerbalken entsprechen der Standardunsicherheit der Reproduzierbarkeit aus Abschnitt 8.4.

6 Regelungskonzept

Um die für den Blockkalibrator geforderten Eigenschaften der Minimierung der axialen Temperaturgradienten bei gleichzeitigem Halten des Sollwertes des Referenzthermometers zu gewährleisten, ist ein entsprechend angepasstes Regelungskonzept notwendig. Dieses basiert auf Standard-Reglern und wurde mit Hilfe von Modellen des Wärmetransportes im Blockkalibrator entworfen.

6.1 Modellbildung

Die am häufigsten verwendeten Regler verwenden einen Proportional-, einen Integral- und einen Differentialanteil (PID-Regler) oder Kombinationen dieser drei (P-Regler, I-Regler, PI-Regler, PD-Regler). Diese Regler sind vergleichsweise robust gegenüber Modellunsicherheiten, sie lassen sich für Eingrößensysteme auch empirisch mittels Faustwerten [Föl13] oder beispielsweise dem Verfahren von Ziegler und Nichols [Lut07] einstellen. Bei komplexeren Systemen, insbesondere bei Mehrgrößensystemen, ist die Bildung eines Modells der Regelstrecke sinnvoll. Dieses Modell dient zum einen als Basis für den Reglerentwurf und zum anderen als mathematische Beschreibung des realen Systems (der Regelstrecke) bei der Durchführung von numerischen Simulationen zur Reglerüberprüfung und -optimierung.

Modelle für den Reglerentwurf lassen sich durch verschiedene Ansätze finden [Ise11, S. 6]. Durch das Formulieren von physikalischen Zusammenhängen, die in der Regelstrecke gelten, erhält man ein White-Box-Modell, welches mittels Bilanzgleichungen und bekannten Material- und Transporteigenschaften das System modelliert. Sind die Struktur, d.h. die Wirkzusammenhänge von Ein- und Ausgangsgrößen, bekannt, die Parameter der einzelnen Elemente durch unzureichende Informationen über Materialeigenschaften und/oder exakte Geometrie jedoch nicht, verwendet man ein Light-Gray-Box-Modell. Hierbei wird die Struktur mittels physikalisch motivierter Gleichungen vorgegeben, die Parameter werden anschließend durch Methoden der Systemidentifikation ermittelt. Sind weder Struktur noch Parameter des Systems

bekannt, verwendet man ein Black-Box-Modell. Dieses wird komplett durch die Systemidentifikation bestimmt. Hierbei entsteht ein Modell, welches das Übertragungsverhalten des Systems nachbildet, jedoch keine Informationen über physikalische Zusammenhänge im Inneren des Systems enthält.

6.1.1 Modellierung thermischer Systeme

Bei der Modellierung von thermischen Systemen ist die Wärmeleitgleichung (vgl. Abschnitt 2.2.1) die maßgebliche physikalische Gleichung zur Beschreibung des Systemverhaltens. Da es sich um eine partielle Differentialgleichung handelt, spricht man hier auch von einem Modell mit örtlich verteilten Parametern [Föl13, S. 259]. Dieses lässt sich nur schwer in eine übliche regelungstechnische Beschreibungsform bringen, weshalb solche Modelle durch Modelle mit konzentrierten Parametern approximiert werden. Bei thermischen Systemen bieten sich insbesondere zwei Ansätze für diese Approximation an. Zum einen ist die Verwendung eines komplexen Modells auf Basis der Methode der Finiten Elemente (FEM) möglich. Dieses ist für den Reglerentwurf auf Grund seiner vergleichsweise langen Rechendauer von einigen Minuten bis zu mehreren Stunden nicht geeignet. Als weiterer Ansatz hat sich die Nutzung der elektrothermischen Analogie bewährt (vgl. Abschnitt 2.2.2). Dieser Ansatz wird bspw. bei der Modellierung des Übertragungsverhaltens von Thermometern [Ber14, S. 329] und bei der Temperaturkompensation von Präzisionsmessgeräten [Frö06] angewendet. Im vorliegenden Fall eines Mehrgrößensystems (8 Eingänge und 8 Ausgänge) sind prinzipiell zwei Modellformen möglich. Zum einen kann das Gesamtsystem betrachtet werden und ein MIMO-Modell (Multiple-Input-Multiple-Output Modell) in Form eines Zustandsraumes oder einer Übertragungsfunktions-Matrix [Lun06, S. 14] erstellt werden. Zum anderen kann das Gesamtsystem in Teilsysteme unterteilt werden, die jeweils als separates SISO-Modell (Single-Input-Single-Output-Modell) modelliert werden. Da die Modellbildung für MIMO-Modelle deutlich komplexer als für SISO-Modelle ist, wird in dieser Arbeit die Variante der SISO-Modelle für die einzelnen Eingänge gewählt. Da bei der Modellierung von thermischen Systemen die unbekannten Kontaktwiderstände zwischen den einzelnen Bauteilen das Systemverhalten stark beeinflussen (vgl. Abschnitt 5.3), wird hier ein Light-Gray-Box-Ansatz auf Basis der elektrothermischen Analogie verwendet.

6.1.2 Modellstruktur

Für den Light-Gray-Box-Ansatz ist die Vorgabe einer Modellstruktur notwendig. Hierfür wird aus dem Gesamtsystem des Blockkalibrators (Abb. 6.1) die Strecke $P \rightarrow T$ des jeweiligen Eingangs auf den entsprechenden Ausgang herausgelöst und mittels der elektrothermischen Analogie modelliert (Abb. 6.2).

Exemplarisch soll hier die Strecke der inneren mittleren Heizzone $P_M \rightarrow T_M$ gezeigt werden. Für diese Strecke wird die Übertragungsfunktion im Frequenzbereich mithilfe der Kirchhoff'schen Gesetze analytisch ermittelt. Hier entspricht T_1 dem Ausgang T_M und P dem Eingang P_M . Die Wärmekapazitäten $m_1 c_1$ und $m_2 c_2$ repräsentieren den mittleren Teil des Ausgleichsblockes mit Sensor und den mittleren Heizungsträger aus Keramik. Die Wärmekapazitäten $m_3 c_3$ und $m_4 c_4$ repräsentieren die mittlere Heizungswicklung und einen Ausschnitt des äußeren Isolationsmaterials. Die thermischen Widerstände $R_{i,j}$ repräsentieren die jeweils zwischen den Massenschwerpunkten der Wärmekapazitäten wirksamen Widerstände, die vom jeweiligen Material und von den Kontaktwiderständen zwischen den Bauteilen bestimmt werden. $R_{1,0}$ und $R_{4,0}$ bezeichnen jeweils die Kopplung zur Umgebungstemperatur T_0 . Aus den Kirchhoff'schen Gesetzen ergeben sich unter Verwendung der Methode der Knotenspannungsanalyse [Sei09, S. 57] 4 Knotengleichungen und 8 Maschen-

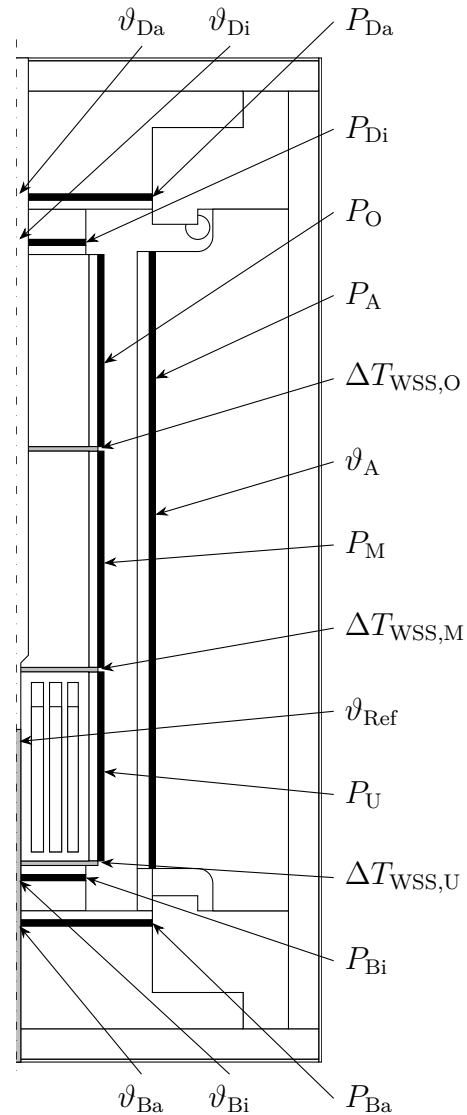


Abbildung 6.1: Positionen der in Modell und Regler verwendeten Eingangsgrößen (P) und Ausgangsgrößen (ΔT_{WSS} , ϑ_{Ref}) im Blockkalibrator.

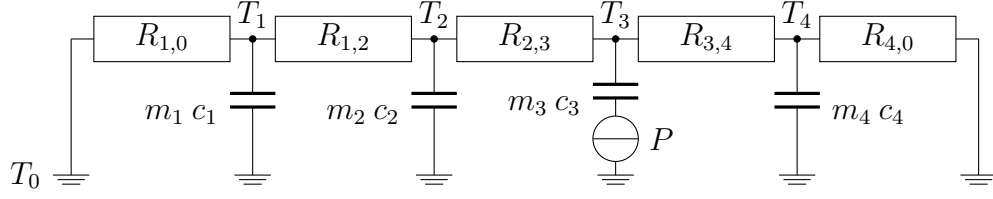


Abbildung 6.2: Elektrothermisches Modell der Regelstrecke zur Bestimmung der Modellstruktur.

gleichungen (siehe hierzu Gln. (A.1) und (A.2) im Anhang auf S. 109). Hierbei wurde die Beziehung zwischen Spannung $U(t)$ und Strom $I(t)$ einer Kapazität C verwendet und in den Laplace-Bereich [Bro08, S. 777] transformiert (6.1). Nach Umstellen der Maschengleichungen nach den Wärmeströmen und Einsetzen in die Knotengleichungen ergibt sich ein lineares Gleichungssystem (6.2).

$$I(t) = C \frac{dU(t)}{dt} \quad \circ \text{---} \bullet \quad I(s) = C U s \quad (6.1)$$

$$\begin{bmatrix} a_{1,1} & a_{1,2} & 0 & 0 \\ a_{1,2} & a_{2,2} & a_{2,3} & 0 \\ 0 & a_{2,3} & a_{3,3} & a_{3,4} \\ 0 & 0 & a_{3,4} & a_{4,4} \end{bmatrix} \cdot \begin{pmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ -P \\ 0 \end{pmatrix} \quad (6.2)$$

$$\begin{aligned} a_{1,1} &= -\frac{1}{R_{1,0}} - m_1 c_1 s - \frac{1}{R_{1,2}} & a_{2,2} &= -\frac{1}{R_{1,2}} - m_2 c_2 s - \frac{1}{R_{2,3}} & a_{1,2} &= \frac{1}{R_{1,2}} \\ a_{3,3} &= -\frac{1}{R_{2,3}} + \frac{1}{R_{3,4}} & a_{4,4} &= -\frac{1}{R_{4,0}} - m_4 c_4 s - \frac{1}{R_{3,4}} & a_{2,3} &= \frac{1}{R_{2,3}} \\ & & & & a_{3,4} &= \frac{1}{R_{3,4}} \end{aligned}$$

Nach Lösung des linearen Gleichungssystems lässt sich die Übertragungsfunktion $G(s)$ bestimmen (6.3).

$$G(s) = \frac{T_1}{P} = \frac{K(\tau_V s + 1)}{(\tau_3 s + 1)(\tau_2 s + 1)(\tau_1 s + 1)} \quad (6.3)$$

Im systemtechnischen Sinn handelt es sich hier um ein PT_3 -Glieder mit der Verstärkung K , einer Vorhaltzeitkonstante τ_V und drei Verzögerungszeitkonstanten τ_i [Wer89, S. 156]. Im Zusammenhang mit dem Light-Gray-Box-Ansatz werden die Zeitkonstan-

ten, die sich aus Kombinationen der teils unbekannten thermischen Widerstände und Wärmekapazitäten zusammensetzen, mittels Methoden der Systemidentifikation bestimmt.

6.1.3 Systemidentifikation

Zur Identifikation der Parameter von Modellen wie (6.3) lassen sich verschiedene Methoden einsetzen [Lju99; Wer89]. Gemeinsam ist allen Methoden, dass sie das Systemverhalten des Modells an das zuvor gemessene Systemverhalten des realen Systems anpassen. In dieser Arbeit dienen am Blockkalibrator gemessene Sprungantworten als Basis für die Systemidentifikation. Diese bilden das Systemverhalten bereits (grafisch) ab und stellen somit ebenfalls ein Modell dar. Da Rückschlüsse auf die Struktur des Systems nicht möglich sind und auch kein analytischer Ausdruck für das Systemverhalten vorliegt, nennt man diese Modelle auch nichtparametrische Modelle [Wer89, S. 152]. Mittels der Methoden der Systemidentifikation können aus diesen nichtparametrischen Modellen parametrische Modelle, bspw. der Form (6.3), bestimmt werden. In dieser Arbeit wird hierfür die *System Identification Toolbox* des kommerziellen Programmsystems MATLAB verwendet, welche eine Vielzahl von Algorithmen und Methoden zur Systemidentifikation anbietet [Lju99; Lju15].

Tabelle 6.1: Zuordnung der Ein- und Ausgangsgrößen der Übertragungsfunktionen.

Ausgang	Eingang
ϑ_A	P_A
ϑ_{Da}	P_{Da}
ϑ_{Di}	P_{Di}
$\vartheta_O = \Delta T_{WSS,O} + \Delta T_{WSS,M} + \vartheta_{Ref}$	P_O
$\vartheta_M = \Delta T_{WSS,M} + \vartheta_{Ref}$	P_M
ϑ_{Ref}	P_U
$\vartheta_{Bi} = \Delta T_{WSS,U} + \vartheta_{Ref}$	P_{Bi}
ϑ_{Ba}	P_{Ba}

Als Eingangsgrößen der Modelle dienen die Heizleistungen, die für die Sprungantworten mit einem Soll-Leistungssprung von $\Delta P = 5 \text{ W}$ beaufschlagt wurden. Die Ausgangsgrößen sind die jeweiligen Temperaturen in den entsprechenden Teilen des mechanischen Aufbaus (Tab. 6.1). Hierbei werden die Temperaturen ϑ_A , ϑ_{Da} , ϑ_{Di} und ϑ_{Ba} mittels Thermoelementen gemessen, die im Heizungsträger der jeweiligen

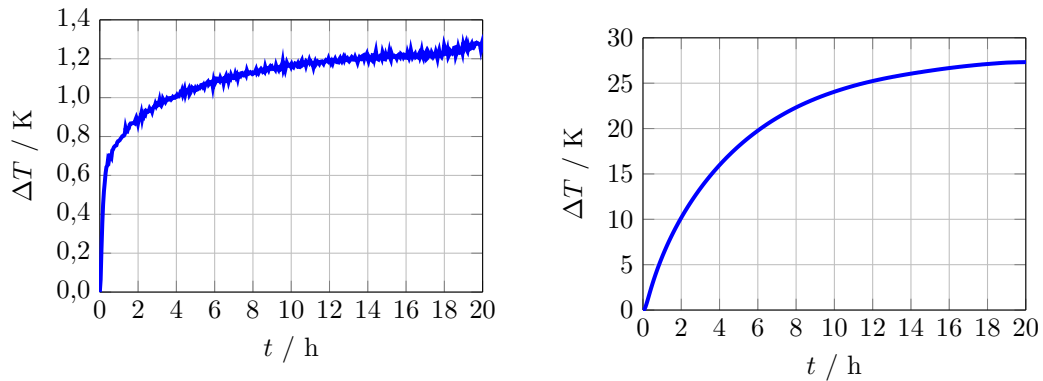


Abbildung 6.3: Gemessene Sprungantworten des mittleren WSS (links) und der Referenztemperatur (rechts) bei einem Leistungssprung von $\Delta P_M \approx 5 \text{ W}$.

Heizzone eingebaut sind. Die Temperatur des Referenzthermometers T_{Ref} wird im unteren Teil des Ausgleichsblocks (der MFPZ) gemessen und dient zusätzlich als Bezugsgröße für die Temperaturen in den übrigen Teilen des Ausgleichsblockes. Mit dieser Temperatur und den von den WSS gemessenen Temperaturdifferenzen ΔT_{WSS} lassen sich die Temperaturen in den übrigen Teilen des Ausgleichsblockes und an der inneren Bodenheizung bestimmen. Dazu werden die Sprungantworten der von den WSS gemessenen Temperaturdifferenzen und der Referenztemperatur addiert (Abb. 6.3, Tab. 6.1). Im Gegensatz zur alleinigen Betrachtung der Sprungantwort von ΔT_{WSS} werden hier das statische und das dynamische Verhalten des Systems durch die Berücksichtigung der an die betrachtete Strecke angrenzenden Wärmekapazitäten besser abgebildet. Um die Wärmetransportbedingungen im Betriebszustand des

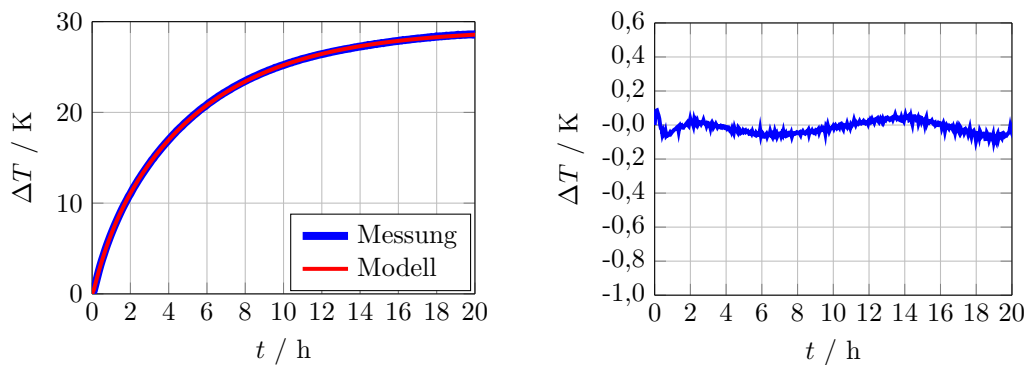


Abbildung 6.4: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_M \rightarrow v_M$.

Blockkalibrators zu berücksichtigen, wurden die Leistungssprünge beginnend bei einem eingeschwungenen Zustand bei $\vartheta_{\text{Ref}} = 70^\circ\text{C}$ ausgeführt.

In Kombination mit der Systemidentifikation zeigt die gezeigte Modellstruktur (6.3) eine sehr gute Übereinstimmung mit der gemessenen Sprungantwort (Abb. 6.4). Die Abweichungen zwischen Messung und Modell sind hier $< 150\text{ mK}$, was als für die Regelung ausreichend anzusehen ist. Für die ebenfalls gute Übereinstimmung der übrigen Modelle mit den jeweiligen gemessenen Sprungantworten sei auf den Anhang (Abschnitt A.2.2) verwiesen.

6.1.4 Statikmatrix

Ohne zusätzliche Modellbetrachtung kann die Statikmatrix \mathbf{K}_S [Lun06, S. 58] des Gesamtsystems aus den statischen Endwerten $\vartheta(\infty)$ und der jeweiligen Heizleistung P der gemessenen Sprungantworten ermittelt werden. Für eine Zusammenfassung der Eingangs- und Ausgangsgrößen zu Vektoren entsprechend Gl. (6.4) (analog der Reihenfolge in Tab. 6.1) entsprechen die Werte der Hauptdiagonalen von \mathbf{K}_S den Verstärkungsfaktoren K der gefundenen Übertragungsfunktionen. Somit bildet \mathbf{K}_S die statische Verkopplung des Gesamtsystems ab. Trotz der fehlenden Information über die Systemdynamik lassen sich aus ihr Eigenschaften des Systems ableiten.

$$\begin{pmatrix} \vartheta_A(\infty) \\ \vartheta_{\text{Da}}(\infty) \\ \vartheta_{\text{Di}}(\infty) \\ \vartheta_O(\infty) \\ \vartheta_M(\infty) \\ \vartheta_{\text{Ref}}(\infty) \\ \vartheta_{\text{Bi}}(\infty) \\ \vartheta_{\text{Ba}}(\infty) \end{pmatrix} = \mathbf{K}_S \cdot \begin{pmatrix} P_A \\ P_{\text{Da}} \\ P_{\text{Di}} \\ P_O \\ P_M \\ P_U \\ P_{\text{Bi}} \\ P_{\text{Ba}} \end{pmatrix} \quad (6.4)$$

Es ist zu erkennen, dass ϑ_O , ϑ_M , ϑ_U und ϑ_{Bi} und die jeweiligen zugehörigen Heizleistungen untereinander stärker als die übrigen Größen verkopple sind (rote Markierung in (6.5)). Insbesondere fällt eine gegenüber der direkten Kopplung (Elemente der Hauptdiagonalen) nicht zu vernachlässigende Querkopplung (Elemente außerhalb der Hauptdiagonalen) auf. Diese Verkopplung muss beim Reglerentwurf (Abschnitt 6.2.1) berücksichtigt werden.

Die erste Spalte von \mathbf{K}_S zeigt die statische Verkopplung der äußeren Heizzone mit allen Temperaturen. Es ist zu erkennen, dass P_A auf alle Temperaturen statisch annähernd gleich wirkt. Daher ist zu erwarten, dass eine Erhöhung von P_A im eingeschwungenen Zustand zu einer Temperaturerhöhung des gesamten Systems führt. Dies ist für das Regelungskonzept unproblematisch, da die Reglerdynamik so beeinflusst werden kann, dass ϑ_A langsamer einschwingt als die übrigen Temperaturen. Somit können die schnelleren Regler auf die Wirkung von P_A reagieren und sie ausgleichen. Zusätzlich führt die in dieser Arbeit verwendete Konfiguration der Spannungsquellen dazu, dass P_A über die geringste Maximalleistung der acht Heizzonen verfügt. Die dadurch auftretende Stellgrößenbegrenzung [Ada14, S. 223] verändert die Reglerdynamik grundsätzlich (siehe Abschnitt 6.2.2). Die Verkopplung der beiden Heizzonen im Deckel (2. und 3. Spalte/Zeile in \mathbf{K}_S) ist aufgrund der Zuordnung der äußeren Heizzone am Deckel (P_{Da}) zum Schild ebenfalls unproblematisch.

$$\mathbf{K}_S = \begin{bmatrix} 4,796 & 2,739 & 2,821 & 4,437 & 4,650 & 4,553 & 4,366 & 3,393 \\ 3,706 & 12,432 & 11,367 & 4,608 & 4,061 & 3,798 & 3,753 & 2,814 \\ 3,811 & 9,591 & 12,282 & 4,820 & 4,208 & 3,932 & 3,882 & 2,921 \\ 4,298 & 2,814 & 2,966 & 5,893 & 5,699 & 6,122 & 6,320 & 4,832 \\ 4,266 & 2,632 & 2,768 & 5,337 & 5,977 & 6,318 & 6,534 & 4,985 \\ 4,192 & 2,543 & 2,681 & 5,089 & 5,711 & 6,515 & 6,899 & 5,238 \\ 4,136 & 2,497 & 2,612 & 4,977 & 5,601 & 6,425 & 7,451 & 5,604 \\ 3,735 & 2,222 & 2,315 & 4,382 & 4,887 & 5,728 & 7,129 & 10,761 \end{bmatrix} \quad (6.5)$$

6.2 Dezentrale Regelung

Das Regelungskonzept sieht eine dezentrale Regelung [Lun06, S. 145] vor. Die Reglerstruktur (Abb. 6.5) unterteilt sich in den Schildregler und den inneren Regler. In Abb. 6.5 sind die Rückkopplungen zwischen der Gesamt-Regelstrecke (Blockkalibrator) und den Sub-Systemen der Regler dargestellt. Die folgenden Abschnitte zeigen daher nur die Struktur der Regler mit der Regelgröße als Eingang und der Stellgröße als Ausgang. Die Stellgrößen der Regler sind die jeweiligen Heizleistungen P der Heizzonen, die Regelgrößen sind die Temperaturen T und die von den WSS gemessenen Temperaturdifferenzen ΔT_{WSS} .

Als Einzelregler kommen die Basis-Typen realer PID-Regler (Gl. (6.6)) und I-

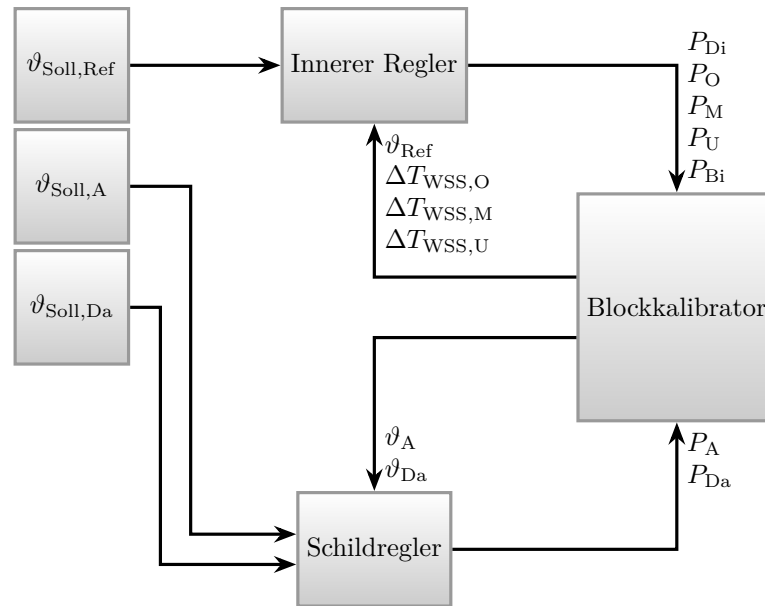


Abbildung 6.5: Struktur der dezentralen Regelung. $T_{Soll,Ref}$ ist der Sollwert der Referenztemperatur, $T_{Soll,A}$ ist der Sollwert der Temperatur der äußeren Heizzone und $T_{Soll,Da}$ ist der Sollwert der Temperatur der äußeren Heizzone am Deckel.

Regler (Gl. (6.7)) zum Einsatz [Föl13, S. 179]. Diese wurden im Frequenzbereich (Laplace-Bereich) entworfen und zur Implementierung auf dem Messrechner mittels der Tustin-Transformation (6.8) in Abtastregler umgewandelt [Föl13, S. 237].

$$G_{PID}(s) = K_P + \frac{K_I}{s} + \frac{K_D s}{\tau_D s + 1} \quad (6.6)$$

$$G_I(s) = \frac{K_I}{s} \quad (6.7)$$

$$\frac{1}{s} \approx \frac{\Delta t}{2} \frac{1 + z^{-1}}{1 - z^{-1}} \quad (6.8)$$

K_P	- Proportionalverstärkung	K_I	- Integralverstärkung
K_D	- Differentialverstärkung	τ_D	- Zeitkonstante des D-Gliedes
Δt	- Abtastzeit	s	- Laplace-Parameter
z^{-1}	- Verschiebungsoperator		

6.2.1 Innerer Regler

Der innere Regler umfasst die Heizleistungen der inneren Heizungen P_{Di} , P_O , P_M , P_U , P_{Bi} und P_{Ba} . Aufgrund der Verkopplung der inneren Heizzonen (vgl. Abschnitt 6.1.4) können hier keine unabhängigen Regler eingesetzt werden. Der innere Regler besteht daher aus zwei Komponenten (Abb. 6.6). Zuerst kommt ein PID-Regler zum Einsatz. Dieser wurde mittels des Frequenzkennlinienverfahrens für die Strecke $P_U \rightarrow \vartheta_{Ref}$ entworfen und hat die Solltemperatur des Referenzthermometers als Sollwert. Abbildung 6.7 zeigt eine Simulation, bei der dieser Regler auch zur Regelung der Strecken $P_O \rightarrow \vartheta_O$, $P_M \rightarrow \vartheta_M$ und $P_{Bi} \rightarrow \vartheta_{Bi}$ verwendet wird. Es ist zu erkennen, dass alle vier geregelten Strecken vergleichbare Einschwingzeiten aufweisen. Der Regler kann daher hinsichtlich des dynamischen Verhaltens für alle vier Strecken des inneren Reglers verwendet werden.

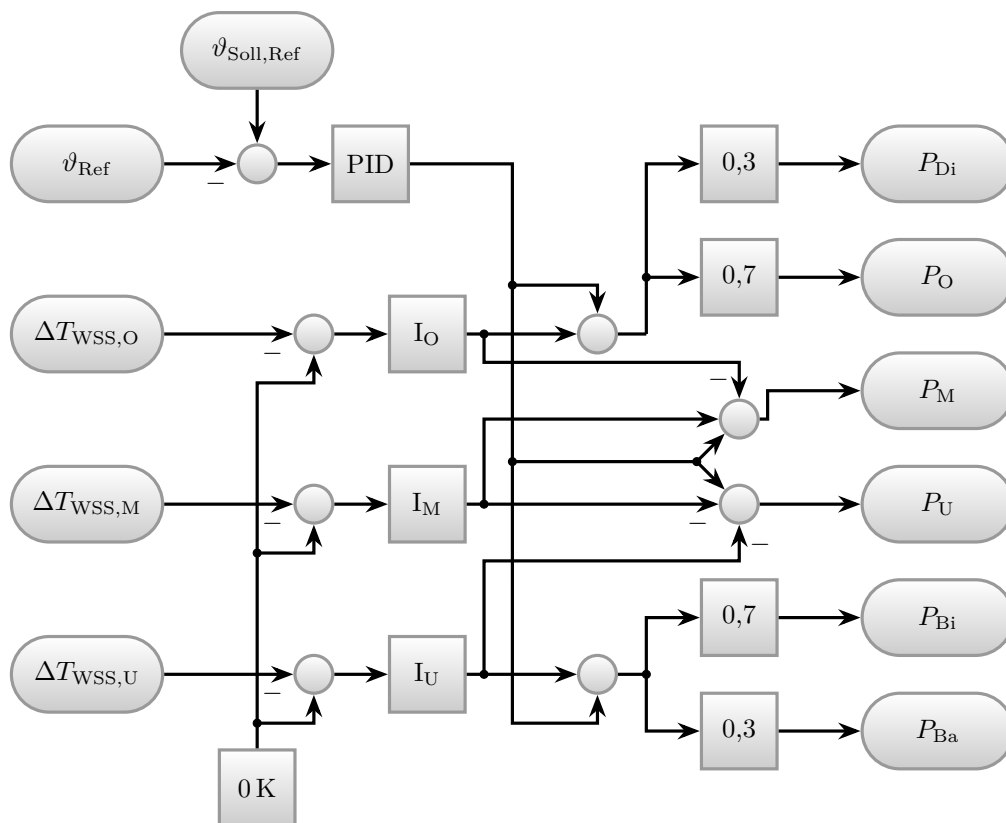


Abbildung 6.6: Struktur des inneren Reglers. Der PID-Regler gibt eine globale Stellgröße aus, die drei I-Regler regeln die Temperaturdifferenzen zwischen den Heizzonen auf 0 K.

Die von diesem PID-Regler ausgegebene Stellgröße gibt die globale Leistung des

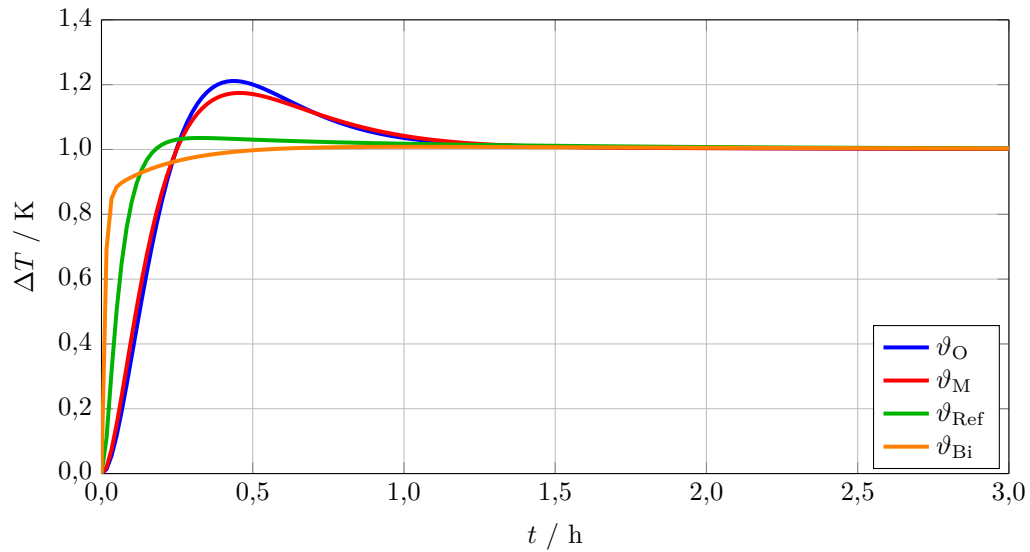


Abbildung 6.7: Simulierte Sprungantworten der geregelten Temperaturen des Ausgleichsblockes, ϑ_O , ϑ_M , ϑ_{Ref} und ϑ_{Bi} , bei Aufschaltung eines Sollwert-Sprunges (Einheitssprung).

inneren Reglers vor. Dem PID-Regler nachgeschaltet sind drei parallele I-Regler, die empirisch eingestellt wurden. Die Regelgröße dieser Regler ist die jeweilige Temperaturdifferenz ΔT_{WSS} . Eine positive Temperaturdifferenz bedeutet hier, dass die Temperatur auf der der Referenztemperatur abgewandten Seite des WSS höher ist als die Referenztemperatur. Dies hat eine Reduktion der Leistung auf dieser Seite zur Folge um die Temperaturdifferenz auf ihren Sollwert $\Delta T_{\text{WSS}} = 0 \text{ K}$ zu regeln. Um die durch die globale Stellgröße vorgegebene Gesamtleistung nicht zu verändern wird in gleichem Maße die Leistung auf der anderen Seite des WSS erhöht. Hierbei entspricht ϑ_{Ref} der Referenztemperatur für $\Delta T_{\text{WSS,M}}$ und $\Delta T_{\text{WSS,U}}$ und $\vartheta_{\text{Ref}} + T_{\text{WSS,M}}$ der Referenztemperatur für $\Delta T_{\text{WSS,O}}$. Als weiteres Merkmal der Reglerstruktur wird die durch den oberen I-Regler I_O vorgegebene Leistung im Verhältnis 0,7/0,3 zwischen P_O und P_{Di} und die des unteren I-Reglers I_U analog zwischen P_{Bi} und P_{Ba} aufgeteilt. Das dient der Reduzierung von axialen Temperaturgradienten an den Enden des Ausgleichsblockes.

6.2.2 Schildregler

Der Schildregler umfasst die Heizleistungen der äußeren Heizzone P_A , und der äußeren Heizzone am Deckel P_{Da} (vgl. Abb. 6.1). Abbildung 6.8 zeigt die Struktur der Regelung. Hier werden zwei unabhängige PID-Regler eingesetzt, die mittels

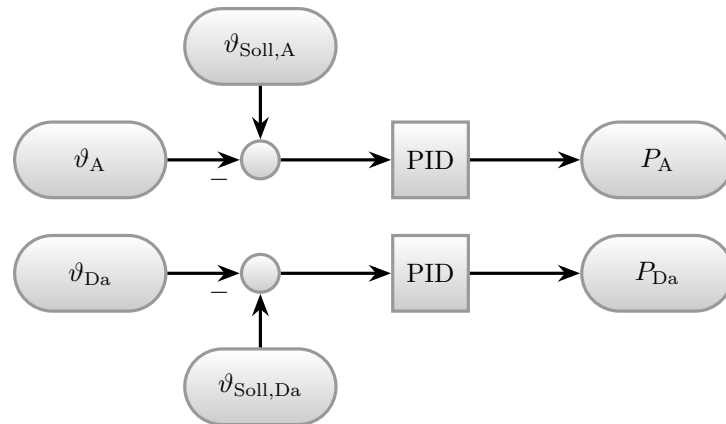


Abbildung 6.8: Struktur des Schildreglers. Zur Regelung von ϑ_A und ϑ_{Da} werden zwei unabhängige PID-Regler eingesetzt.

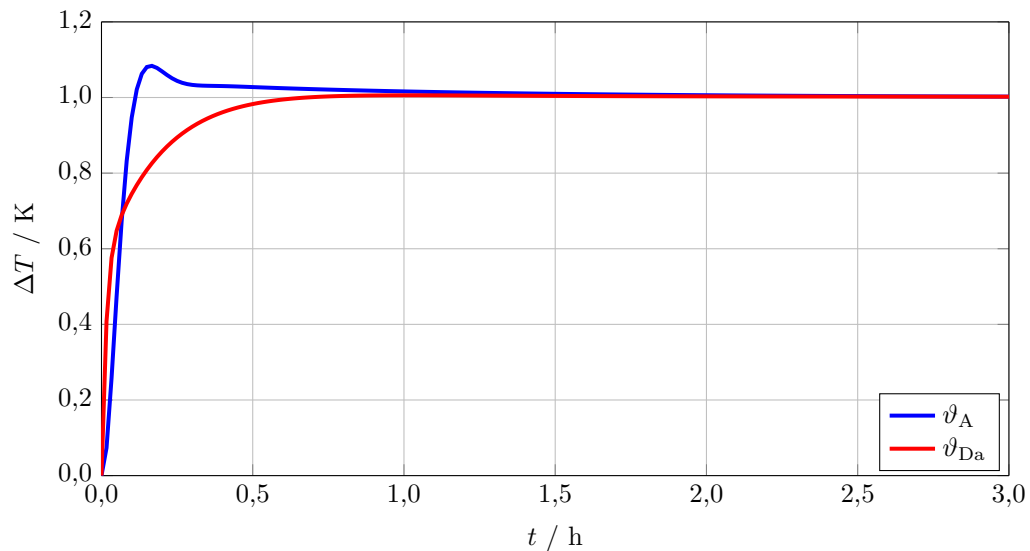


Abbildung 6.9: Simulierte Sprungantworten der geregelten Temperaturen des Schildes, ϑ_A und ϑ_{Da} , bei Aufschaltung eines Sollwert-Sprunges (Einheitssprung).

des Frequenzkennlinienverfahrens [Lun05, S. 463] entworfen wurden. Abbildung 6.9 zeigt die simulierten Sprungantworten der Regler. Beide haben nach ca. 2 h ihren statischen Endwert erreicht, das Überspringen von ϑ_A ist mit $\approx 10\%$ akzeptabel. Da die statischen Querkopplungen klein sind (2,739 für $P_{Da} \rightarrow \vartheta_A$ gegenüber 12,432 für $P_{Da} \rightarrow \vartheta_{Da}$, (6.5)), können diese beim Reglerentwurf vernachlässigt werden.

Hinsichtlich der dynamischen Wirkung der äußeren Heizleistung P_A auf die übrigen Heizzonen bzw. die zugehörigen Temperaturen ist die Stellgrößenbegrenzung zu berücksichtigen. Diese ist durch den Widerstand der äußeren Heizwicklung sowie Ma-

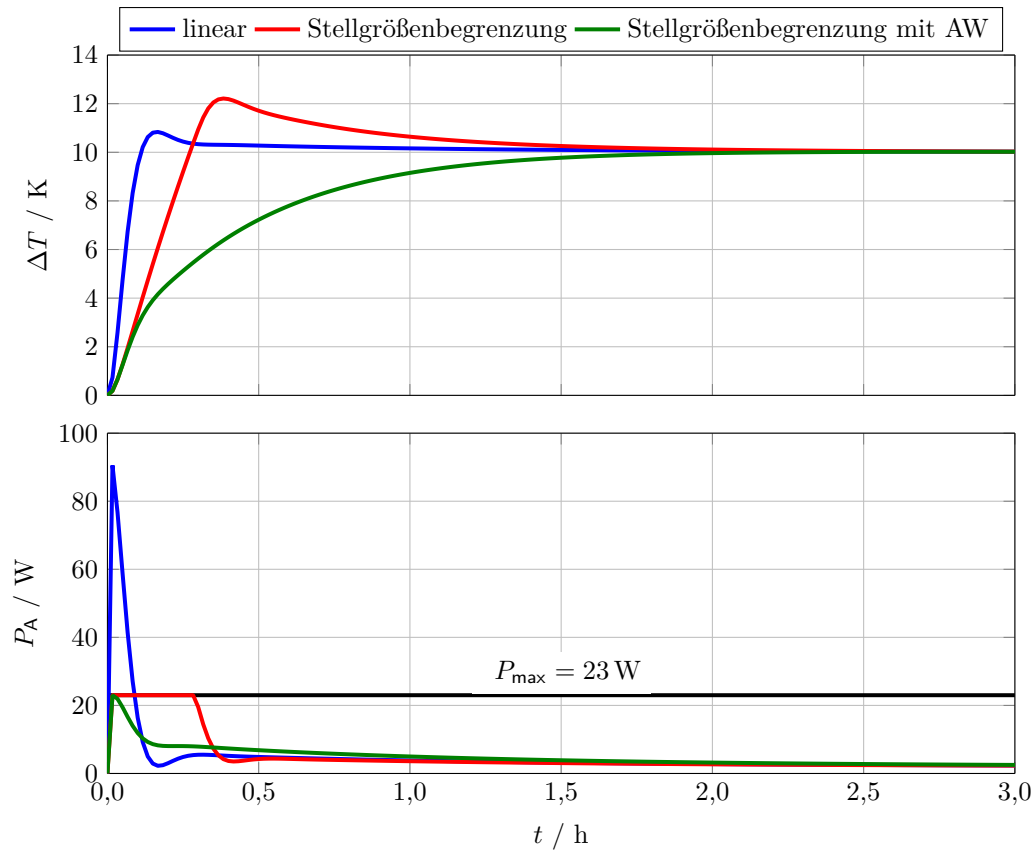


Abbildung 6.10: Simulierte Sprungantworten (oben) und Leistungen (unten) für einen Sollwert-Sprung von 10 K der geregelten Temperatur der äußeren Heizzone ϑ_A für den Fall ohne Stellgrößenbeschränkung (linear), mit Stellgrößenbeschränkung und mit Stellgrößenbeschränkung und Anti-Windup-Maßnahmen (AW). Zusätzlich ist die Maximalleistung von P_A eingezeichnet.

ximalspannung und Maximalstrom des angeschlossenen Primärschaltreglers CPAU 30.8 (vgl. Abschnitt 4.4) bedingt und beträgt 23 W. Durch diese Begrenzung entsteht nichtlineares Systemverhalten. Im Vergleich zum linearen Fall ohne Stellgrößenbegrenzung schwingt die geregelte Temperatur mit Stellgrößenbegrenzung stärker über und langsamer ein (Abb. 6.10). Dies ist durch den sog. Windup-Effekt [Ada14, S. 223] bedingt. Hiermit wird der Effekt der durch den Integrator des PID-Reglers verursachten steigenden Diskrepanz zwischen vom Regler ausgegebener (unbeschränkter) und real am System anliegender (beschränkter) Stellgröße bei Werten der Stellgröße über dem maximal möglichen Wert beschrieben. Da der Integrator-Wert nach Überschreiten des Sollwertes erst wieder abgebaut werden muss, kommt es zu einem stärkeren Überschwingen. Um diesem Effekt entgegen zu wirken existieren zahlreiche Anti-Windup-Maßnahmen, von denen hier die bedingte Integration Anwendung findet

[You96]. Bei dieser Maßnahme wird der Integrator bei Überschreiten des Maximalwertes der Stellgröße gestoppt. Dadurch wird das Überschwingen verhindert, das Einschwingverhalten verlangsamt sich jedoch. Im hier gezeigten Regelungskonzept ist dies akzeptabel, da somit die Wirkung von P_A auf die übrigen Temperaturen von den übrigen schnelleren Reglern kompensiert werden kann (vgl. Abschnitt 6.1.4). Überschwingen sollte in diesem Zusammenhang soweit möglich vermieden werden, da der Blockkalibrator in der untersuchten Konfiguration (vgl. Abschnitt 4.2) über keine Einrichtung zur aktiven Kühlung verfügt. Somit verzögert sich das Einschwingen zusätzlich, falls zu hohes Überschwingen auftritt und die Stellgröße negative Werte annehmen müsste.

6.2.3 Stabilität

Um sicherzustellen, dass die Querempfindlichkeit der Regelstrecken untereinander nicht zu instabilem Verhalten des Gesamtsystems führt, muss die Stabilität der Einzelstrecken untersucht werden. Der hier verwendete Begriff der offenen Kette bezeichnet die Reihenschaltung von Regler und Regelstrecke ohne Rückführung.

Gemäß einer speziellen Formulierung des Stabilitätskriteriums nach Nyquist [Föl13, S. 111] ist ein Regelkreis genau dann stabil, wenn alle Pole der offenen Kette im Pol-Nullstellen-Plan (Abb. 6.11) links der imaginären Achse liegen und die Ortskurve

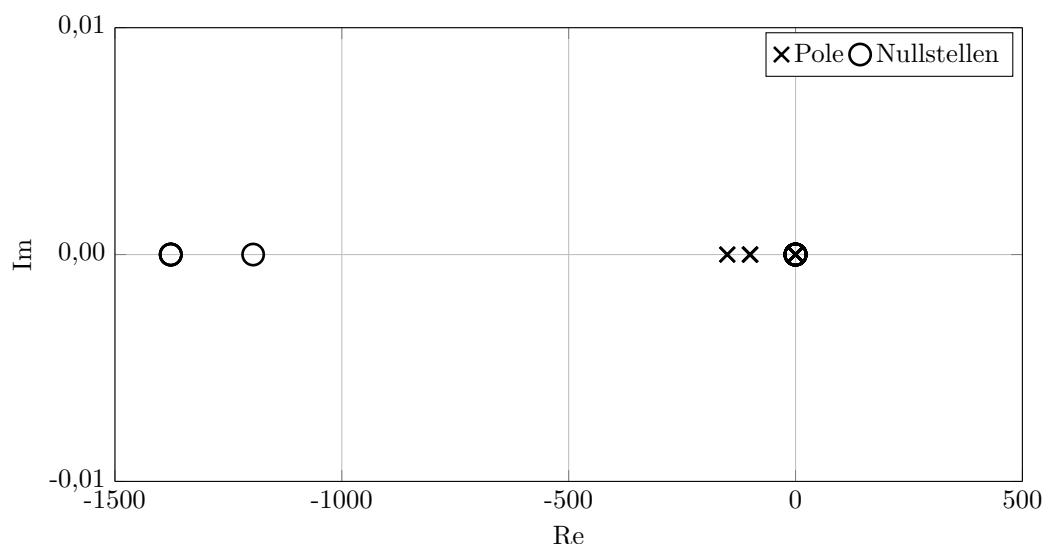


Abbildung 6.11: Pol-Nullstellen-Plan für die offenen Ketten von ϑ_A , ϑ_{Da} , ϑ_O , ϑ_M , ϑ_{Ref} und ϑ_{Bi} .

(Abb. 6.12) der offenen Kette rechts des Punktes $(-1, 0)$ liegt. In Abb. 6.11 ist zu erkennen, dass die Pole und Nullstellen aller Regelstrecken in der linken Halbebene liegen, wobei jede der offenen Ketten einen Pol im Ursprung aufweist. Dies ist als Ausnahme im Nyquist-Kriterium zulässig. Die einzelnen Regelstrecken sind somit stabil.

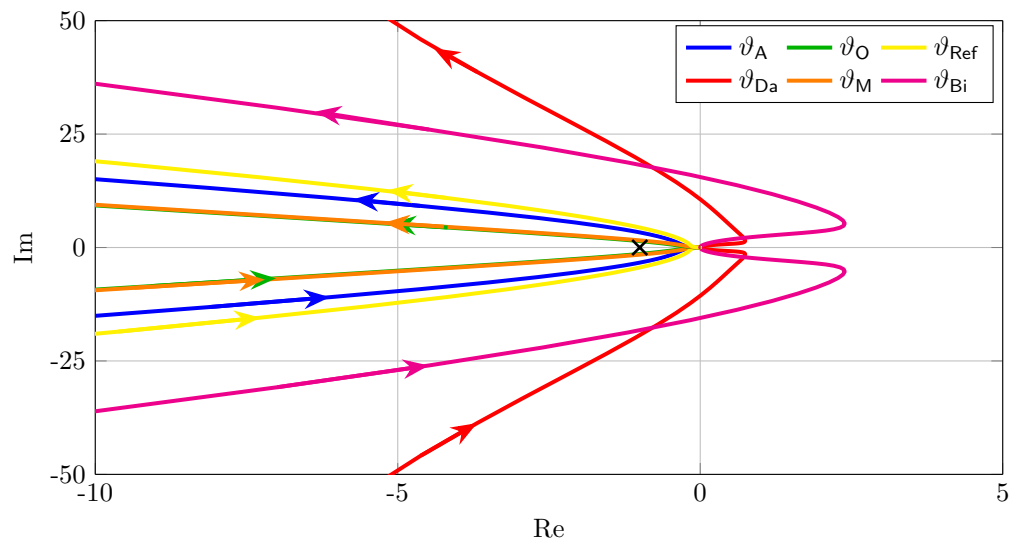


Abbildung 6.12: Ortskurven für die offenen Ketten von ϑ_A , ϑ_{Da} , ϑ_O , ϑ_M , ϑ_{Ref} und ϑ_{Bi} . Zusätzlich sind der Punkt $(-1, 0)$ und die Richtung im Verlauf der Kreisfrequenz eingezeichnet.

7 Validierung des Blockkalibrators

Bei der Validierung des Blockkalibrators wird zunächst das Regelverhalten hinsichtlich Sollwertfolge und Regelstabilität überprüft. Die Funktionsfähigkeit des Konzeptes der Regelung mittels der Signale der Wärmestromsensoren wird anhand des sich in der Prüflingsaufnahme des Blockkalibrators einstellenden Temperaturprofils bewertet. Zur Bewertung der Möglichkeiten der In-situ-Kalibrierung des Referenzsensors mittels der Mehrfachfixpunktzelle wird die Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperaturen ermittelt und eine Möglichkeit zur automatischen Fixpunktdetektion dargestellt.

7.1 Regelverhalten

Um die Eigenschaften der Regelung unabhängig von Einflüssen der Raumtemperaturschwankungen auf die Messgeräte, bspw. den Messverstärker, zu bewerten, wurde für die gezeigten Experimente die Laborklimaanlage abgeschaltet. Abbildung 7.1 zeigt den Aufheizvorgang bis $\vartheta_{\text{Soll,Ref}} = 200\text{ °C}$, beginnend bei Raumtemperatur. Der Sollwert steigt mit 3 K min^{-1} an, was der mit der im Experimentalaufbau installierten elektrischen Leistung maximal möglichen Steigung entspricht. Es ist zu erkennen, dass die Referenztemperatur dem Sollwert folgen kann und nur geringes Überschwingen auftritt. Bei den Messwerten der WSS zeigt sich, dass während des Aufheizens Temperaturdifferenzen von mehreren Kelvin auftreten können und sich die einzelnen Heizzonen untereinander stark beeinflussen. In der Vergrößerung ab $t = 4,5\text{ h}$ (Abb. 7.2) ist zu erkennen, dass nach ca. 6 h die Referenztemperatur auf $\pm 3\text{ mK}$ und die Temperaturdifferenzen auf $\pm 33\text{ mK}$ eingeschwungen sind. Hierbei wurde die zweifache Standardabweichung der Stichprobe ($\approx 95\%$ der Werte) als Maß für die Stabilität verwendet, wobei die Stichprobe die letzten zwei Stunden der Messung umfasst. Aufgrund der möglichen Messzeiten während einer Kalibrierung und damit verbundener Mittelwertbildung der Referenztemperatur ist die erreichte Stabilität als sehr gut anzusehen.

Wie auf Grund der in Abschnitt 6.2.2 erläuterten Effekte der Anti-Windup-Maß-

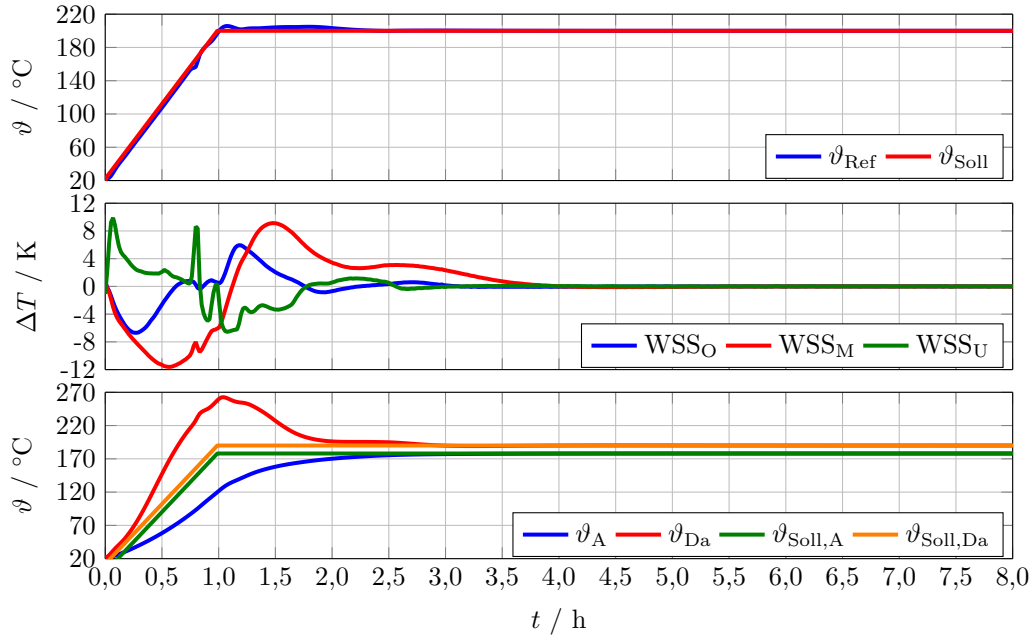


Abbildung 7.1: Aufheizvorgang mit einer Sollwert-Rampe der Steigung 3 K min^{-1} bis $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dargestellt sind die Referenztemperatur ϑ_{Ref} (oben), die von den WSS gemessene Temperaturdifferenzen (Mitte) und die Temperaturen des Schildes (unten).

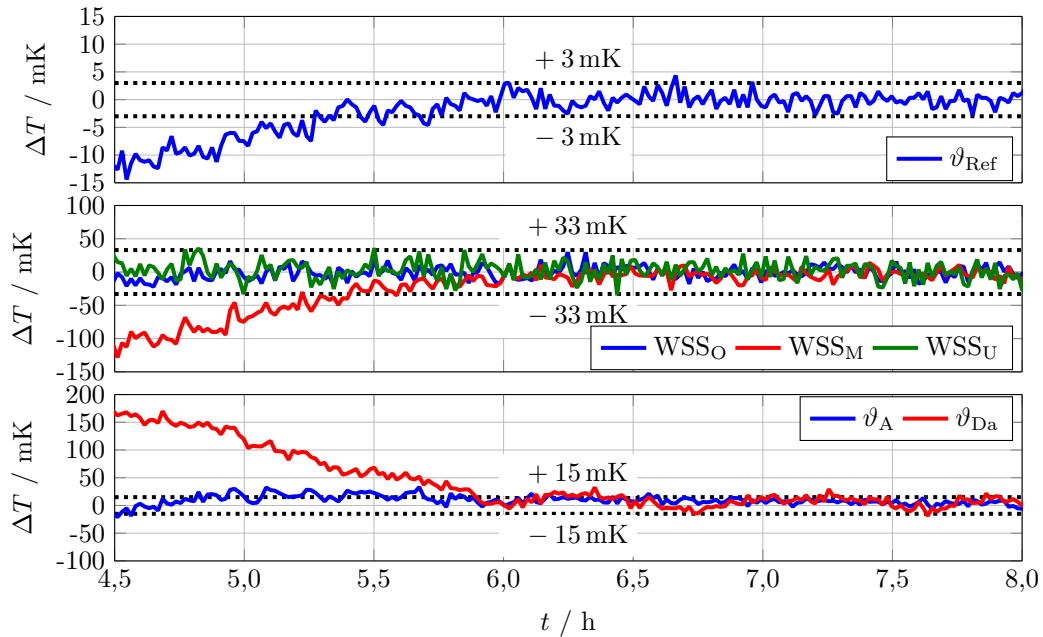


Abbildung 7.2: Zeitlicher Ausschnitt des Temperaturverlaufes im eingeschwungenen Zustand nach dem Aufheizvorgang bis $200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Dargestellt sind die Temperaturdifferenzen zum Sollwert der Referenztemperatur (oben), der von den WSS gemessenen Temperaturdifferenzen (Mitte) sowie der Schildtemperaturen (unten).

nahmen zu erwarten, schwingen die Temperaturen der Schildheizung ϑ_A und ϑ_{Da} langsamer ein als die übrigen Regelgrößen. Der Temperaturverlauf in Abb. 7.4 zeigt eine Stabilität von ± 15 mK, was ebenfalls als sehr gut anzusehen ist. Da der Blockkalibrator über keine Möglichkeit zur aktiven Kühlung verfügt, muss für eine funktionierende Regelung ein ausreichender Wärmeverlust vorhanden sein. Daher liegt der Sollwert der Schildregler immer unter dem Sollwert der Referenztemperatur. Der Schild dämpft damit die Auswirkungen von Umgebungseinflüssen auf das Temperaturfeld im Ausgleichsblock und ermöglicht gleichzeitig einen für die Regelung ausreichend großen Wärmeverlust.

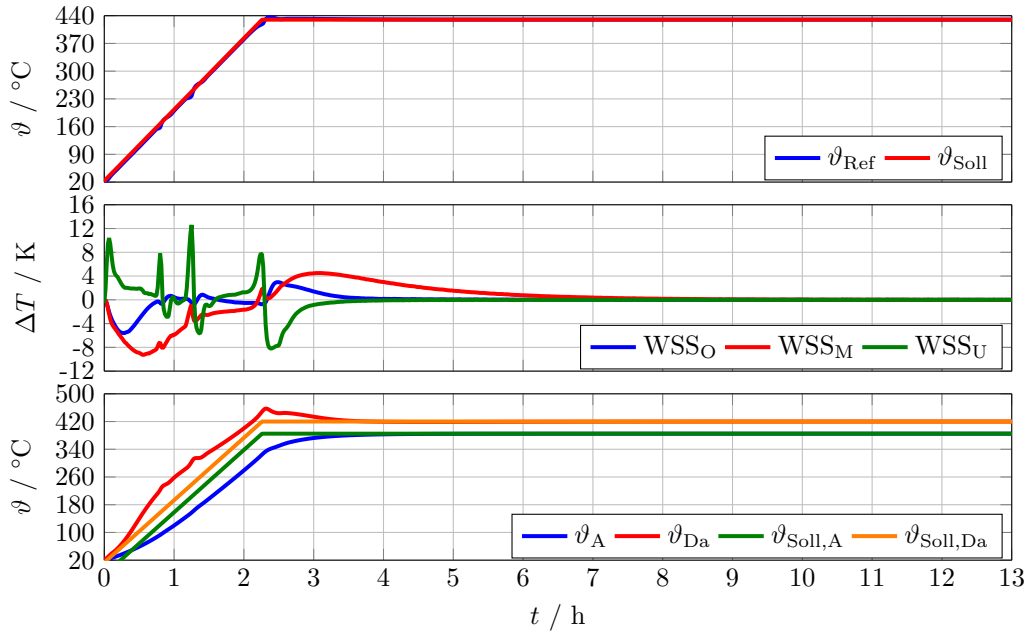


Abbildung 7.3: Aufheizvorgang mit einer Sollwert-Rampe der Steigung 3 K min^{-1} bis 430°C . Dargestellt sind die Referenztemperatur ϑ_{Ref} (oben), die von den WSS gemessene Temperaturdifferenzen (Mitte) und die Temperaturen des Schildes (unten).

Abbildung 7.3 zeigt den Aufheizvorgang mit einer Sollwert-Rampe von 3 K min^{-1} bis 430°C und damit bis zur oberen Grenze des betrachteten Arbeitstemperaturbereiches. Am Ende der Sollwert-Rampe wird hier der Zink-Fixpunkt durchlaufen, was zu einer größeren Regelabweichung führt. Daher schwingen die Temperaturen und Temperaturdifferenzen später ein als bei der vorherigen Rampe bis $\vartheta_{\text{Soll,Ref}} = 200^\circ\text{C}$. In der Vergrößerung ab $t = 10 \text{ h}$ (Abb. 7.4) ist zu erkennen, dass sich mit $\pm 3 \text{ mK}$ für ϑ_{Ref} und $\pm 27 \text{ mK}$ für die WSS vergleichbare Stabilitäten wie in Abb. 7.2 einstellen. Auch die Temperaturen der Schildheizung sind mit $\pm 23 \text{ mK}$ ähnlich stabil wie bei

200 °C.

Der in Abschnitt 6.2 entworfene dezentrale Regler ist für das in dieser Arbeit entwickelte Konzept des Blockkalibrators geeignet. Er ist in der Lage, die Referenztemperatur ϑ_{Ref} und die Schild-Temperaturen ϑ_A und ϑ_{Da} auf ihren jeweiligen Sollwerten zu halten und gleichzeitig die Temperaturdifferenzen ΔT_{WSS} zu minimieren. Die erreichten Regelstabilitäten übertreffen hierbei den Stand der Technik, wo typischerweise Werte von 5 mK bis 10 mK erreicht werden (vgl. Tab. 3.2 auf S. 24).

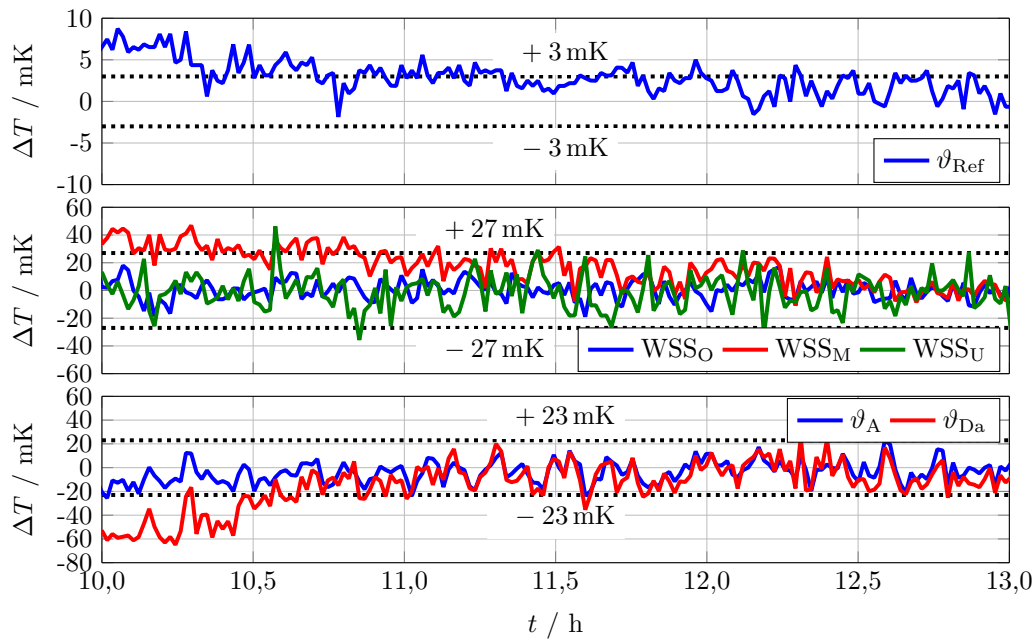


Abbildung 7.4: Zeitlicher Ausschnitt des Temperaturverlaufes im eingeschwungenen Zustand nach dem Aufheizvorgang bis 430 °C. Dargestellt sind die Temperaturdifferenzen zum Sollwert der Referenztemperatur (oben), der von den WSS gemessenen Temperaturdifferenzen (Mitte) sowie der Schildtemperaturen (unten).

7.2 Temperaturprofil

Als wesentlicher Aspekt des Konzeptes des entwickelten Blockkalibrators ist die Nutzung von Wärmestromsensoren zur Minimierung von axialen Temperaturgradienten anzusehen. Um diesen Punkt bewerten zu können, wurde das Temperaturprofil in der Prüflingsaufnahme des Blockkalibrators bei verschiedenen Temperaturen von 70 °C bis 430 °C gemessen (Abb. 7.7). Hierbei wurden die in Abb. 5.15 auf S. 58 gezeigten Korrekturwerte verwendet. Die Temperaturmessung erfolgte mit einem Pt100

(Durchmesser 1 mm, Mantelleitung), angeschlossen an das Isotech milliK (Abb. 7.5). Es wurde die gleiche Messkette wie bei der Messung des Temperaturprofils des kommerziellen Blockkalibrators verwendet (Abb. 3.5 auf S. 21). Abbildung 7.7 zeigt die gemessenen Temperaturdifferenzen bezogen auf den Messwert bei $h = 0$ mm. An diesem Punkt ist die Mitte der sensitiven Länge des Pt100 226,5 mm von der Oberkante des Blockkalibrators eingetaucht und befindet sich in direktem Kontakt mit dem Referenzthermometer.

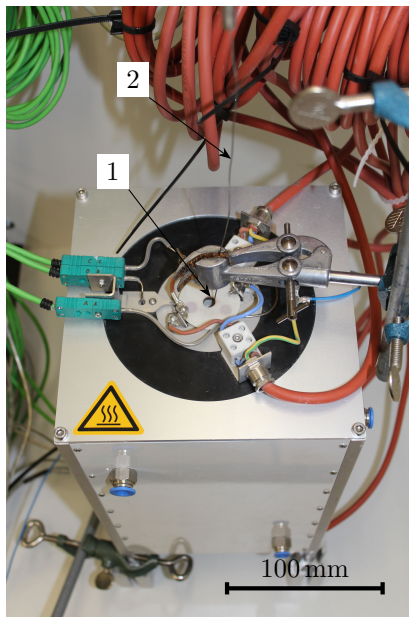


Abbildung 7.5: Messung des Temperaturprofils in der Prüflingsaufnahme des Blockkalibrators (1) mittels Pt100 (2).

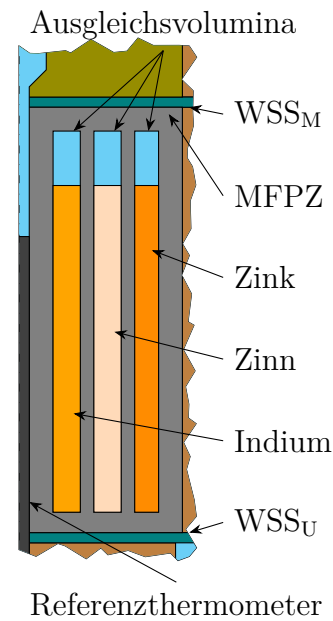


Abbildung 7.6: Aufbau der MFPZ mit Fixpunktmaterialien und Ausgleichsvolumina. Ausschnitt aus Abb. 4.1 auf S. 27.

Es ist zu erkennen, dass in der Zone homogener Temperatur zwischen den Wärmestromsensoren WSS_M und WSS_O die Temperaturdifferenzen bei allen betrachteten Solltemperaturen kleiner ± 55 mK sind. Der Temperaturabfall nach oben ist durch Wärmeableitung im Ausgleichsblock bedingt und bewegt sich in einer für Blockkalibratoren typischen Größenordnung (vgl. Abb. 3.5 auf S. 21). Da sich über WSS_O kein Wärmestromsensor mehr befindet, entsteht hier das gleiche Verhalten wie bei konventionellen Blockkalibratoren. Bei $h = 10$ mm ist eine im Vergleich zu der Zone homogener Temperatur erhöhte Temperaturdifferenz festzustellen. Diese wird durch die aufgrund der luftgefüllten Ausgleichsvolumina in der MFPZ (Abb. 7.6) lokal veränderten Wärmetransportbedingungen verursacht. Für

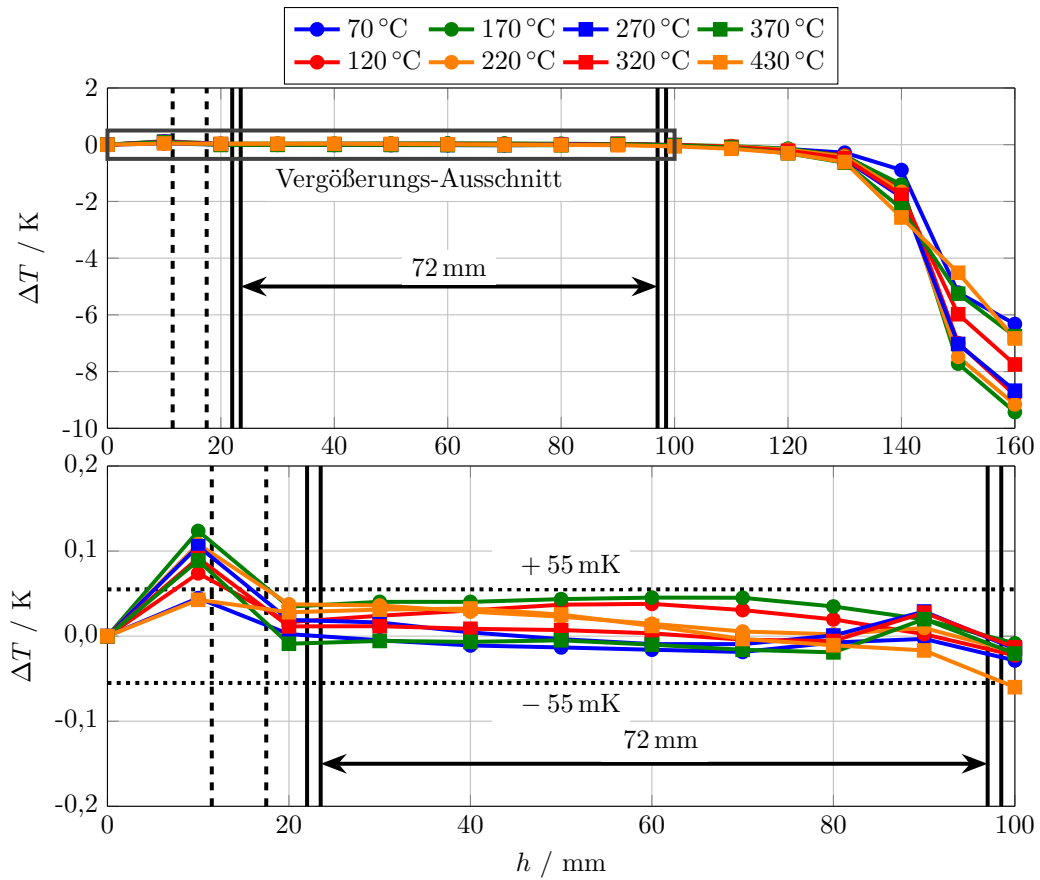


Abbildung 7.7: Auf den Messwert bei $h = 0$ mm bezogenes Temperaturprofil im Blockkalibrator im Temperaturbereich 70 °C bis 430 °C mit Zone homogener Temperatur (oben) und Vergrößerung der ersten 100 mm (unten). Die durchgezogenen vertikalen Linien markieren die Positionen von WSS_M (links) und WSS_O (rechts), die gestrichelten Linien markieren die Positionen der luftgefüllten Ausgleichsvolumina der MFPZ. Die Unsicherheit der Profilbestimmung ist in Abschnitt 8.4 erläutert.

das Funktionsprinzip ist dies zweitrangig, da das Temperaturprofil in der Zone homogener Temperatur davon nicht beeinflusst wird. Die Messergebnisse zeigen, dass der Blockkalibrator ein im Vergleich zum Stand der Technik deutlich verbessertes Temperaturprofil erreicht (Tab. 3.2 auf S. 24). Hier sind nicht nur die über einen weiten Temperaturbereich geringen Abweichungen $< \pm 55$ mK, sondern auch die Länge der Zone homogener Temperatur von 72 mm hervorzuheben. Das Prinzip der Nutzung der Signale von Wärmestromsensoren im Ausgleichsblock eines Blockkalibrators zur Minimierung von axialen Temperaturgradienten ist damit als funktionsfähig und für die Anwendung sehr gut geeignet anzusehen.

7.3 Phasenumwandlungen

Um das Konzept des Blockkalibrators hinsichtlich der In-situ-Kalibrierung des Referenzsensors mittels der MFPZ zu bewerten, wurden mehrere Phasenumwandlungen durchlaufen und ausgewertet. Zur Initialisierung einer Phasenumwandlung in der MFPZ wurden verschiedene Heizregimes (Solltemperatursprung, Solltemperaturrampe, Leistungssprung) erprobt. Als am besten geeignet hat sich der Leistungssprung erwiesen, der nach dem folgenden Ablaufschema ausgeführt wurde:

1. Solltemperaturrampe mit 10 K h^{-1} auf festgelegte Temperatur unterhalb der Fixpunkttemperatur,
2. Einschwingen auf diesen Sollwert,
3. Abschalten des Reglers und Festhalten der aktuellen Leistungswerte der Heizleistungen,
4. Addieren des Leistungssprunges auf P_U ,
5. Wiedereinschalten des Reglers nach Erreichen einer festgelegten Temperatur oberhalb der Fixpunkttemperatur.

Die Höhe des Leistungssprunges sowie die Temperaturen über und unter der Fixpunkttemperatur wurden für jeden Fixpunkt individuell festgelegt.

7.3.1 Manuelle Bestimmung der Fixpunkttemperatur

Die Auswertung der Fixpunkttemperaturen kann mittels verschiedener Methoden durchgeführt werden. Jede dieser Methoden führt zu einer anderen systematischen Abweichung der ermittelten Fixpunkttemperatur ϑ_{FP} zur ITS-90-Temperatur des Fixpunktmaterials ϑ_{90} (Abb. 7.8). Der Betrag dieser Abweichung muss mittels externer Kalibrierung des Referenzthermometers und/oder der MFPZ einmalig bestimmt werden. Anschließend kann dieser so ermittelte Korrekturwert bei jeder In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers an der MFPZ verwendet werden. Voraussetzung hierfür ist, dass die ausgewählte Fixpunkttemperatur reproduzierbar ist und eine geringere Drift als die Kennlinie des Referenzthermometers aufweist. Während die Reproduzierbarkeit [JCG08, S. 47] der Fixpunkttemperaturen im

folgenden gezeigt wird, kann eine Bewertung der Drift der Fixpunkttemperaturen nur nach Langzeitmessungen erfolgen, die nicht Gegenstand der vorliegenden Arbeit waren. Zur Bewertung der Reproduzierbarkeit werden hier nur die Schmelzplateaus der Fixpunktmaterialien betrachtet. Während der Validierung des Blockkalibrators trat ein Defekt an der Kammer des Zink-Fixpunktmaterials in der MFPZ auf. Daher umfasst die Messreihe dieser Phasenumwandlung nur 4 Messpunkte. Aufgrund der Ergebnisse der Indium- und Zinn-Messreihen und der gezeigten Messpunkte der Zink-Messreihe ist jedoch bei einer erneuten Messung mit einer neuen MFPZ eine vergleichbare Stabilität der Fixpunkttemperaturen zu erwarten.

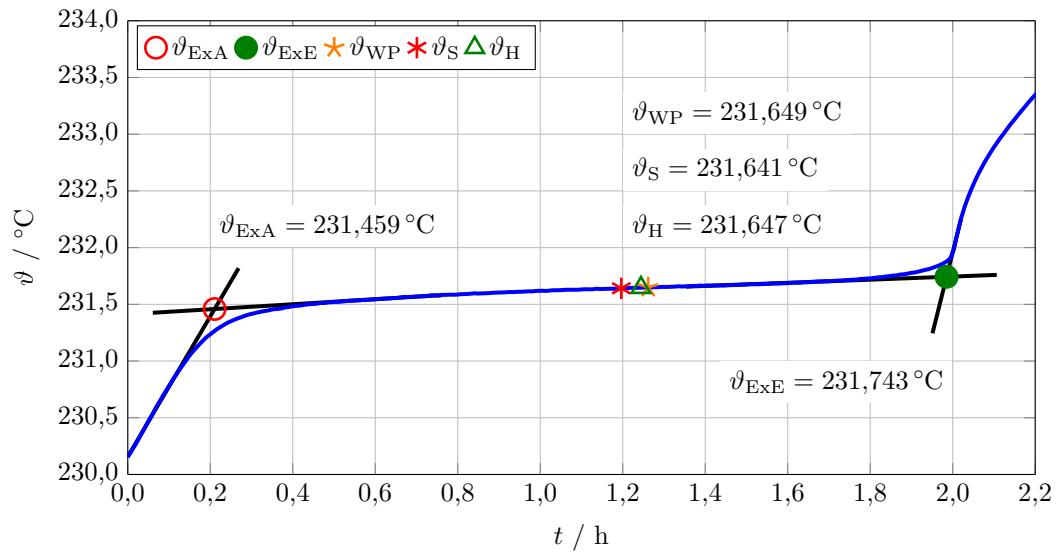


Abbildung 7.8: Exemplarisches gemessenes Schmelzplateau des Sn-Fixpunktes in der MFPZ. Zusätzlich dargestellt sind die nach den verschiedenen Methoden aus [Kra11] ermittelten Fixpunkttemperaturen. ϑ_{ExtA} ist die extrapolierte Temperatur des Plateauanfangs, ϑ_{ExtE} ist die extrapolierte Temperatur des Plateauendes, ϑ_{WP} ist die Temperatur am Wendepunkt des Plateaus, ϑ_{S} ist die Temperatur am Punkt der geringsten Steigung des Plateaus und ϑ_{H} ist die am häufigsten gemessene Temperatur im Plateau.

In [Kra11] werden fünf Methoden zur Bestimmung von Fixpunkttemperaturen vorgeschlagen, die im Folgenden verwendet werden:

1. Extrapolation auf die Temperatur des Plateauanfangs ϑ_{ExtA} und
2. des Plateauendes ϑ_{ExtE} durch Bestimmung der Schnittpunkte von in den Temperaturverlauf im Plateau und den Temperaturverlauf davor bzw. dahinter gefitteten Geraden,

3. Bestimmung der Temperatur ϑ_{WP} am Wendepunkt eines in den Temperaturverlauf im Plateau gefitteten Polynoms 3. Grades,
4. Bestimmung der Temperatur ϑ_{S} am Ort mit der geringsten Steigung im Plateau,
5. Bestimmung der Temperatur ϑ_{H} durch Auswertung der Häufigkeit der Temperaturwerte im Plateau (Histogramm-Methode).

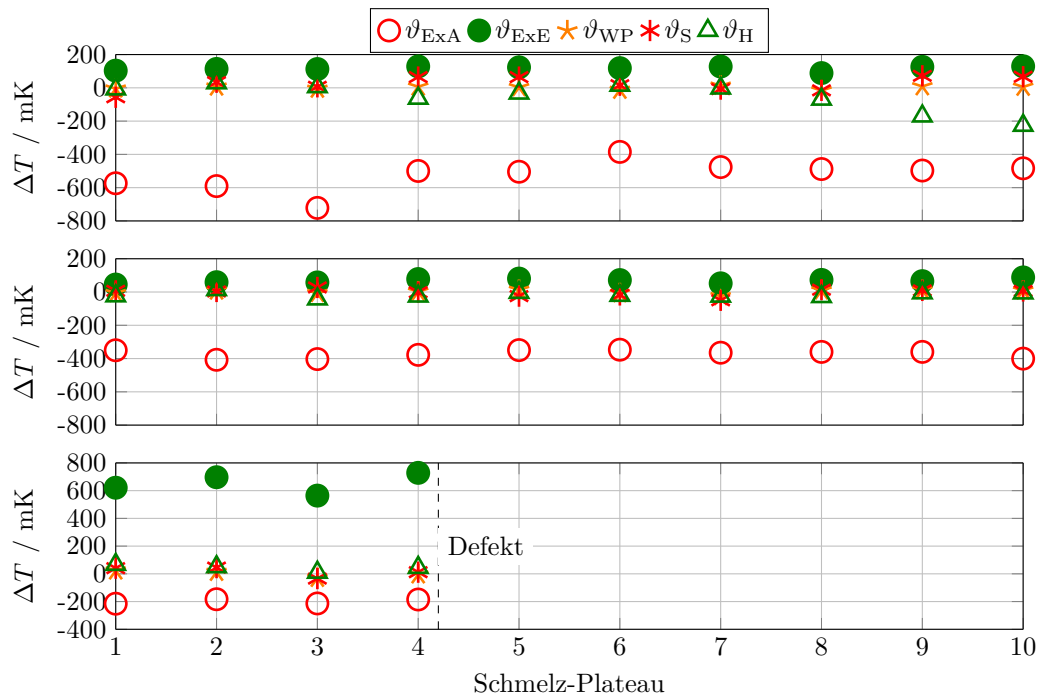


Abbildung 7.9: Mit den gezeigten Methoden ermittelte Fixpunkttemperaturen des In-Fixpunktes (oben), des Sn-Fixpunktes (Mitte) und des Zn-Fixpunktes (unten). Die Darstellung zeigt die Differenz zum jeweiligen Mittelwert von ϑ_{WP} .

Abbildung 7.9 zeigt die in den Messreihen nach den fünf genannten Methoden ermittelten Fixpunkttemperaturen für die drei Fixpunktmaterialien in der MFPZ. Es ist zu erkennen, dass die Absolutwerte der nach den unterschiedlichen Methoden bestimmten Fixpunkttemperaturen teilweise um mehrere hundert Millikelvin von den anderen abweichen. Hierbei unterscheiden sich Fixpunktzellen mit geringen Mengen Fixpunktmaterial von konventionellen Fixpunktzellen, bei denen Wärmeleitungseffekte innerhalb der Fixpunktzelle eine untergeordnete Rolle spielen [Bog02; Sch09]. Die Abweichung dieser Fixpunkttemperaturen zur ITS-90-Temperatur muss

daher bestimmt werden, um eine Absolutwert-Kalibrierung des Referenzthermometers durchführen zu können. Dies ist jedoch nicht Bestandteil der vorliegenden Arbeit. Hier ist lediglich von Interesse, mit welcher Reproduzierbarkeit die einzelnen Fixpunkttemperaturen dargestellt werden können.

Tabelle 7.1: Reproduzierbarkeit der ermittelten Fixpunkttemperaturen. Als Maß dient die 2-fache Standardabweichung der Stichprobe in mK.

Fixpunktmaterial	Fixpunkttemperatur				
	ϑ_{ExA}	ϑ_{ExE}	ϑ_{WP}	ϑ_{S}	ϑ_{H}
Indium	179	26	19	87	169
Zinn	47	27	24	45	32
Zink	35	148	47	73	48

Tabelle 7.1 zeigt, dass die Werte stark von der Auswertemethode abhängen (vgl. [Kra11]). Die Wendepunkt-Methode zeigt bei allen drei Fixpunkten eine gute Reproduzierbarkeit. Für den Zn-Fixpunkt liefert die Plateau-Anfangstemperatur sogar noch einen etwas besseren Wert. Die erreichten Werte zeigen, dass die Unsicherheit der Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperaturen einen Beitrag von wenigen zehn Millikelvin zur Unsicherheit der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers leistet. Die MFPZ ist daher für den vorgesehenen Zweck der In-situ-Kalibrierung geeignet.

7.3.2 Modellbasierte Bestimmung der Fixpunkttemperatur

Neben der im vorigen Abschnitt angewandten manuellen Auswertung der Phasenumwandlung zur Bestimmung der Fixpunkttemperatur können auch automatisierte Verfahren angewendet werden. Dies verspricht zum einen eine objektivere Auswertung als die manuelle und lässt sich zum anderen auch in eine Gerätesteuerung integrieren.

Zur Detektion der Phasenumwandlung sind u.a. modellbasierte Methoden [Pat12] bekannt. Auch der Einsatz von Methoden der technischen Fehlerdiagnose [Ise06, S. 231] ist möglich. Basis ist hierbei der Vergleich einer simulierten Systemantwort mit der real gemessenen. Zur Simulation der Systemantwort wird das Modell der Regelstrecke $P_U \rightarrow \vartheta_{\text{Ref}}$ (vgl. Abschnitt 6.1) in ein äquivalentes zeitdiskretes Zustandsraum-Modell (7.1) umgewandelt. Da nur ein SISO-Modell betrachtet wird, sind Ein- und Ausgangsvektor in diesem Fall Skalare.

$$\begin{aligned}\vec{x}(k+1) &= \mathbf{A} \vec{x}(k) + \mathbf{B} \vec{u}(k) \\ \vec{y}(k) &= \mathbf{C} \vec{x}(k)\end{aligned}\tag{7.1}$$

- \mathbf{A} - Systemmatrix
- \mathbf{B} - Eingangsmatrix
- \mathbf{C} - Ausgangsmatrix
- $\vec{x}(k)$ - Zustandsvektor im Abtastschritt k
- $\vec{u}(k)$ - Eingangsvektor im Abtastschritt k
- $\vec{y}(k)$ - Ausgangsvektor im Abtastschritt k

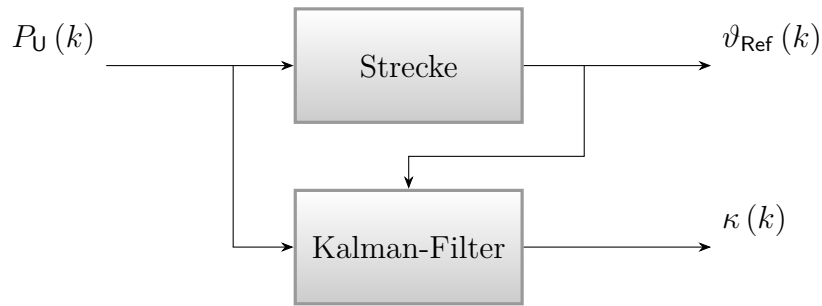


Abbildung 7.10: Blockschaltbild der Fixpunktdetektion mittels Kalman-Filter.

Der Zustandsvektor $\vec{x}(k)$ im Abtastschritt k wird mittels eines Kalman-Filters [Kal60] aus dem Zustandsraum-Modell und den k -ten Werten der Ein- und Ausgangsgröße der Strecke berechnet. Aus diesem wird über die Ausgangsmatrix \mathbf{C} die Differenz zum k -ten Wert der Referenztemperatur $\vartheta_{\text{Ref}}(k)$ ermittelt (7.2). Dieses Residuum $\kappa(k)$ dient als Parameter zur Bewertung der Übereinstimmung der Simulation mit dem gemessenen Verlauf der Referenztemperatur (Abb. 7.10).

$$\kappa(k) = \vartheta_{\text{Ref}}(k) - \mathbf{C} \vec{x}(k)\tag{7.2}$$

Das nichtlineare Systemverhalten während der Phasenumwandlung wird von dem verwendeten linearen Modell der Regelstrecke nicht abgebildet. Daher ist während der Phasenumwandlung eine größere Abweichung zwischen Simulation und Messung und damit ein größeres Residuum zu erwarten (Abb. 7.11).

Für jedes Fixpunktmaterial kann im jeweiligen Verlauf des Residuums κ eine Schranke definiert werden. Das Unter- und Überschreiten dieses Wertes markieren jeweils Beginn und Ende des betrachteten Intervalls der Referenztemperatur und damit die detektierte Phasenumwandlung. Tabelle 7.1 zeigt, dass die Fixpunkt-

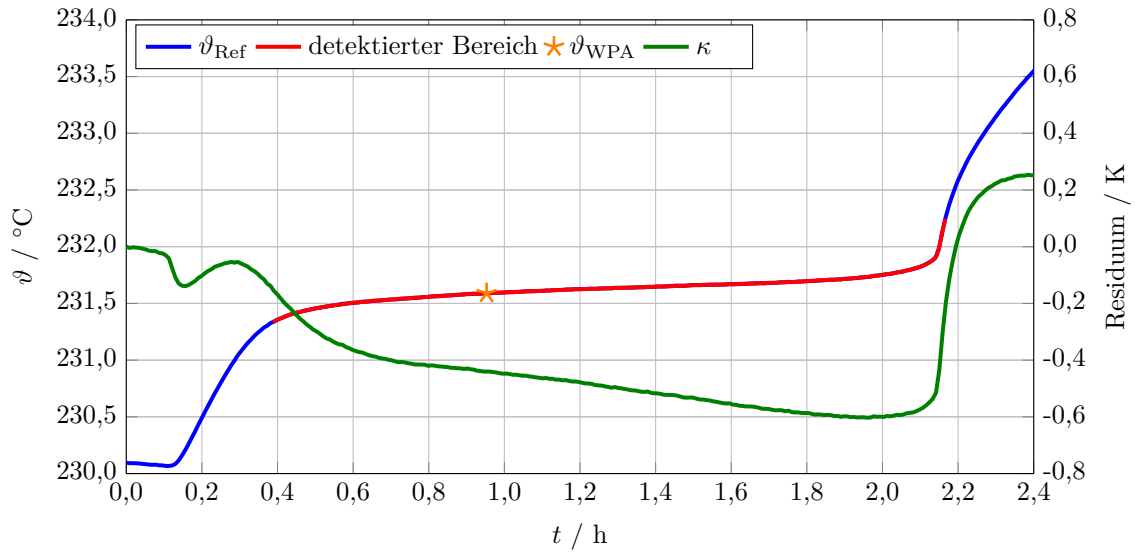


Abbildung 7.11: Referenztemperatur ϑ_{Ref} und Residuum κ während der Phasenumwandlung von Zinn in der MFPZ. Im Verlauf von ϑ_{Ref} sind der detektierte Plateaubereich und die mittels der Fixpunktdetektion bestimmte Temperatur ϑ_{WPA} markiert.

temperatur am Wendepunkt des Plateaus ϑ_{WP} bei allen drei Fixpunktmaterialien gut reproduzierbare Werte liefert. Daher wird diese Methode für die automatische Fixpunktdetektion verwendet.

Die im selben Plateau gefundenen Temperaturen mittels der automatischen Auswertung ϑ_{WPA} und der manuellen Auswertung ϑ_{WP} müssen nicht zwangsweise die selben Absolutwerte aufweisen, da unterschiedliche Bereiche für die Bestimmung der Temperatur herangezogen werden. Daher muss die Abweichung zur ITS-90-Temperatur für die durch die Fixpunktdetektion ermittelte Fixpunkttemperatur ebenfalls gesondert bestimmt werden.

Tabelle 7.2: Reproduzierbarkeit von ϑ_{WPA} bei der automatischen Fixpunktdetektion. Als Maß dient die 2-fache Standardabweichung der Stichprobe in mK.

Fixpunktmaterial	Reproduzierbarkeit	κ -Schranke
Indium	17	−0,08
Zinn	21	−0,15
Zink	41	0,23

Tabelle 7.2 zeigt die Reproduzierbarkeit von ϑ_{WP} bei der automatischen Fixpunktdetektion. Wie zu erkennen ist, lässt sich durch die automatische Fixpunktdetektion

eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit gegenüber der manuellen Auswertung erreichen. Als Grund für diese Verbesserung wird die im Vergleich zur manuellen Auswertung objektivere Einteilung der betrachteten Abschnitte des Fixpunktplateaus vermutet, dies konnte jedoch noch nicht abschließend geklärt werden. Unabhängig davon kann die gezeigte Methode der modellbasierten Fixpunktdetektion zur Bestimmung der Fixpunkttemperatur dienen. Zusätzlich bietet dieses Verfahren die Möglichkeit der Integration in die Gerätesteuerung, wodurch die Implementierung einer automatisierten Kalibrieroutine möglich ist.

Die gewonnenen Ergebnisse, sowohl der manuellen als auch der automatischen Fixpunktdetektion, zeigen, dass sehr gute Reproduzierbarkeiten erreicht werden. Damit ist eine In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers mit kleiner Unsicherheit möglich (vgl. Abschnitt 8.5).

8 Unsicherheitsbetrachtung

Der Betrachtung der Unsicherheit kommt in messtechnischen Anwendungen eine hohe Bedeutung zu. Durch die Angabe der Unsicherheit einer Messung oder Kalibrierung wird eine Bewertung möglich. Zusätzlich dient die Untersuchung der einzelnen Beiträge zur Unsicherheit der Identifikation von Verbesserungspotential in der Messkette oder der verwendeten Methoden. In diesem Kapitel sind nur die für die Bewertung des entwickelten Konzeptes maßgeblichen Unsicherheitsbudgets dargestellt. Für die übrigen Unsicherheitsbetrachtungen sowie weitere Erläuterungen sei auf den Anhang (Abschnitt A.3) verwiesen.

8.1 Methodik

Die verwendete Methodik zur Unsicherheitsbetrachtung basiert auf dem Verfahren nach GUM (Guide to the expression of uncertainty in measurement, [JCG08]). Hierbei werden mittels einer Modellgleichung $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ der Messaufgabe die jeweiligen Einflussgrößen x_i auf das Messergebnis y identifiziert. Für jede dieser Einflussgrößen wird die Unsicherheit $u(x_i)$ ermittelt. Diese kann entweder statistischer Art (Typ A) oder nicht-statistischer Art (Typ B) sein. Als Schätzer für Unsicherheiten statistischer Art dient die empirische Standardabweichung des Mittelwertes (8.1) aus den n Messwerten p_i .

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (p_i - \bar{p})^2}{n(n-1)}} \quad (8.1)$$

Unsicherheiten nicht-statistischer Art werden im Folgenden als gleichverteilt (rechteckverteilt) in den Grenzen von $\pm a$ angenommen. Hier dient Gl. (8.2) als Schätzer für die Unsicherheit.

$$u = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (8.2)$$

Die Unsicherheit des Messergebnisses $u(y)$, auch als kombinierte Standardunsicherheit bezeichnet, ist die Euklidische Norm der mit ihrer jeweiligen Empfindlichkeit gewichteten Unsicherheiten der Einflussgrößen (8.3). Zur Berechnung der Empfindlichkeiten werden die Mittelwerte der Einflussgrößen \bar{x}_i in die Modellgleichung eingesetzt, die als Schätzer für die wahren Werte dienen.

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} u(x_i) \right)^2} \quad (8.3)$$

Die erweiterte Unsicherheit $U(y)$ wird aus der kombinierten Standardunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor k errechnet. In der Technik ist üblicherweise $k = 2$, was einem Vertrauensbereich von ca. 95 % entspricht. In dieser Arbeit werden die Begriffe entsprechend des GUM verwendet.

In den folgenden Abschnitten werden die Begriffe absolute und relative Messung verwendet. Unter absoluter Messung ist die Messung des Absolutwertes einer Größe, bspw. der Temperatur, zu verstehen. Relative Messung bezeichnet die Messung einer Größe relativ zu einem beliebigen vorher gemessenen Wert der gleichen Größe. Hierbei können die Messungen sowohl zu unterschiedlichen Zeiten (Driftverhalten) als auch an unterschiedlichen Orten (Temperaturprofil) durchgeführt werden. Auch die Messung mit mehreren Sensoren gleicher Bauform mit einem Messgerät (Extrapolation auf die Oberflächentemperatur) wird in diesem Zusammenhang als relative Messung betrachtet.

8.2 Unsicherheit der Kalibrierung der Wärmestromsensoren

Bei der Betrachtung der Unsicherheit der Kalibrierung der Wärmestromsensoren sind die Unsicherheit der Extrapolationsmethode zur Bestimmung der Oberflächentemperatur, die Unsicherheit der Messung des Sensorsignals und die Unsicherheit der Empfindlichkeitsbestimmung zu berücksichtigen. Diese sind im folgenden dargestellt.

8.2.1 Bestimmung der Oberflächentemperatur

Wie in Abschnitt 5.3.1 beschrieben, wird durch einen Funktionsansatz auf die Oberflächentemperatur des Prüfkörpers extrapoliert. Die Oberflächentemperatur kann

hierbei über das absolute Glied c bestimmt werden, somit geht nur c in die Unsicherheitsbetrachtung ein (Gl. (8.4)).

$$u(\vartheta_{\text{ex}}) = \frac{\partial \vartheta_{\text{ex}}}{\partial c} u(c) \quad (8.4)$$

$$\vartheta_{\text{ex}} = c = \frac{h_2 h_3 \vartheta_1}{(h_1 - h_2)(h_1 - h_3)} + \frac{h_1 h_3 \vartheta_2}{(h_2 - h_1)(h_2 - h_3)} + \frac{h_1 h_2 \vartheta_3}{(h_3 - h_1)(h_3 - h_2)} \quad (8.5)$$

$$u(c) = \sqrt{\sum_{i=1}^3 \left(\frac{\partial c}{\partial h_i} u(h_i) \right)^2 + \sum_{j=1}^3 \left(\frac{\partial c}{\partial \vartheta_j} u(\vartheta_j) \right)^2} \quad (8.6)$$

Tabelle 8.1: Unsicherheitsbudget der Bestimmung der Oberflächentemperatur.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
ϑ_1	49,9675	°C	90,32	mK	Normal	1,61	145,4 mK
ϑ_2	49,9582	°C	90,32	mK	Normal	-0,85	77,2 mK
ϑ_3	50,1936	°C	90,30	mK	Normal	0,24	22,1 mK
x_1	3,6000	mm	0,06	mm	Rechteck	0,02	1,2 mK
x_2	13,5000	mm	0,06	mm	Rechteck	0,01	0,6 mK
x_3	23,5000	mm	0,06	mm	Rechteck	-0,01	0,5 mK
ϑ_{ex}	50,0306	°C	166,13	mK			

Gleichung (8.5) zeigt die Berechnung von c . Es ist zu erkennen, dass c von allen drei Temperaturen und den jeweiligen Positionen im Prüfkörper abhängt. Die kombinierte Standardunsicherheit von c errechnet sich mittels Gl. (8.6). Für die Unsicherheit der Positionen wird ein Intervall von $\pm 0,1$ mm angenommen, wodurch sich eine Standardunsicherheit von 0,06 mm ergibt. Die kombinierten Standardunsicherheiten der Temperaturen werden mittels des Unsicherheitsbudgets in Tab. A.7 bestimmt. Diese sind aufgrund der gemeinsamen Kalibrierung korreliert [JCG08, S. 22]. Die Korrelation wird hier vernachlässigt, was für den vorliegenden Fall ausreichend ist.

8.2.2 Messung des WSS-Signals

Auf Grund der Offsetkorrektur des WSS-Signals (Abschnitt 4.4) müssen bei der Unsicherheitsbetrachtung die gemessene Spannung bei positiver Polarität U_{Mess}^+ und die gemessene Spannung bei negativer Polarität U_{Mess}^- berücksichtigt werden. Damit

berechnet sich das offsetfreie WSS-Signal gemäß Gl. (8.7).

$$U_{\text{WSS}} = \frac{U_{\text{Mess}}^+ - U_{\text{Mess}}^-}{2 G_{\text{OPV}}} \quad (8.7)$$

Die Verstärkung G_{OPV} des INA 114 wird durch einen Festwiderstand R_G eingestellt [Tex92] und berechnet sich gemäß Gl. (8.8).

$$G_{\text{OPV}} = 1 + \frac{50 \text{ k}\Omega}{R_G} \quad (8.8)$$

Hier wurde ein Präzisionswiderstand mit einem geringen Temperaturkoeffizienten und einem Nennwert von $R_G = (10,00 \pm 0,01) \Omega$ verwendet. Da dem Datenblatt des INA 114 keine direkte Angabe über die Unsicherheit des 50 k Ω -Widerstands zu entnehmen ist, wird hier eine relative Standardunsicherheit von 0,1 % angenommen. Diese lässt sich mittels anderer Datenblattangaben abschätzen. Die Verstärkung beträgt damit $5001,0 \pm 4,1$. Wie in Tab. 8.2 zu erkennen ist, liefert die Unsicherheit der Verstärkung des OPV einen vernachlässigbar kleinen Beitrag zur kombinierten Standardunsicherheit des WSS-Signals.

Tabelle 8.2: Unsicherheitsbudget der Messung des WSS-Signals.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
U_{Mess}^+	112,007	mV	821	μV	Normal	100×10^{-6}	82,1 nV
U_{Mess}^-	163,160	mV	827	μV	Normal	100×10^{-6}	82,7 nV
G_{OPV}	5001,000	1	2	1	Rechteck	1×10^{-9}	0,0 nV
U_{WSS}	5,114	μV	117	nV			

8.2.3 Bestimmung der Empfindlichkeit

Zur Bestimmung der Empfindlichkeit S wird die lineare Ausgleichsrechnung angewendet. Deren Unsicherheit lässt sich nach GUM mittels des in [Mat05] gezeigten Verfahrens berechnen, was im folgenden dargestellt ist (Gl. (8.9)). Aufgrund der hohen Anzahl von Messwerten bei der Kalibrierung, die für die Unsicherheitsberechnung jeweils eine Eingangsgröße darstellen, wird hier auf ein tabellarisches Unsicherheitsbudget verzichtet.

Mit dem gezeigten Verfahren werden Unsicherheiten in beiden Koordinatenrichtungen berücksichtigt. Dies ist im Fall der Kalibrierung der WSS insbesondere durch

$$\begin{aligned}
u(S) &= \sqrt{\sum_{i=1}^n (c(x_i) u(x_i))^2 + \sum_{i=1}^n (c(y_i) u(y_i))^2} \\
&= \sqrt{\sum_i^n \left(\frac{\hat{k}(x_i - \bar{x})}{M_{xx}} u(x_i) \right)^2 + \sum_i^n \left(\frac{\hat{k}(y_i - \bar{y})}{M_{yy}} u(y_i) \right)^2} \quad (8.9)
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
M_{xx} &= \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 & M_{yy} &= \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 \\
M_{xy} &= \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) & \hat{k} &= \text{sign}(M_{xy}) \sqrt{\frac{M_{yy}}{M_{xx}}}
\end{aligned}$$

die Unsicherheit der extrapolierten Oberflächentemperatur notwendig. Die Eingangsgrößen y_i mit zugehöriger kombinierter Standardunsicherheit $u(y_i)$ entsprechen den gemessenen Signalen der WSS nach Tab. 8.2. Die Eingangsgrößen x_i entsprechen den Temperaturdifferenzen. Diese werden entsprechend Gl. (8.10) aus der unteren extrapolierten Oberflächentemperatur $\vartheta_{\text{ex,u}}$ und der oberen extrapolierten Oberflächentemperatur $\vartheta_{\text{ex,o}}$ ermittelt. Die kombinierte Standardunsicherheit errechnet sich mittels der jeweiligen kombinierten Standardunsicherheit aus Tab. 8.1 und Gl. (8.11).

$$\Delta T = \vartheta_{\text{ex,o}} - \vartheta_{\text{ex,u}} \quad (8.10)$$

$$u(\Delta T) = \sqrt{u(\vartheta_{\text{ex,o}})^2 + u(\vartheta_{\text{ex,u}})^2} \quad (8.11)$$

Die ermittelten Empfindlichkeiten mit zugehöriger kombinierter Standardunsicherheit sind in Tab. 5.6 auf S. 51 aufgelistet.

8.3 Unsicherheit der Nulldetektion

Im Folgenden ist die Betrachtung der Unsicherheit der Nulldetektion für WSS_M bei $\vartheta = 200^\circ\text{C}$ dargestellt. Die Unsicherheit der Nulldetektion (Gl. (8.12)) setzt sich aus den Beiträgen der elektrischen Messung, der Korrektur der parasitären Thermospannungen (Abschnitt 5.4.1) und den Abweichungen durch parasitäre Wär-

meströme (Abschnitt 5.4.2) zusammen. Bei letzteren berechnet sich die Unsicherheit aus einem Beitrag durch die Approximation $\delta\Delta T_{\dot{Q},\text{Appr}}$ (vgl. Abb. 5.15 auf S. 58) der Korrekturwerte und einem Beitrag aus der Reproduzierbarkeit [JCG08, S. 47] der Korrekturwerte $\delta\Delta T_{\dot{Q},\text{Rep}}$ (Gl. (8.13)). Die Reproduzierbarkeit wurde mittels erneuter Messung bei 220 °C abgeschätzt. Die Messwerte zeigen Abweichungen von $\pm 67,5 \text{ mK}$ für WSS_M und $\pm 125,2 \text{ mK}$ für WSS_O (Abb. 8.1). Um den Unsicherheitsbeitrag abzuschätzen wird eine Normalverteilung mit dem Doppelten der gefundenen Abweichung angenommen. Die Reproduzierbarkeit stellt damit den maßgeblichen Unsicherheitsbeitrag für die Nulldetektion dar (Tab. 8.3).

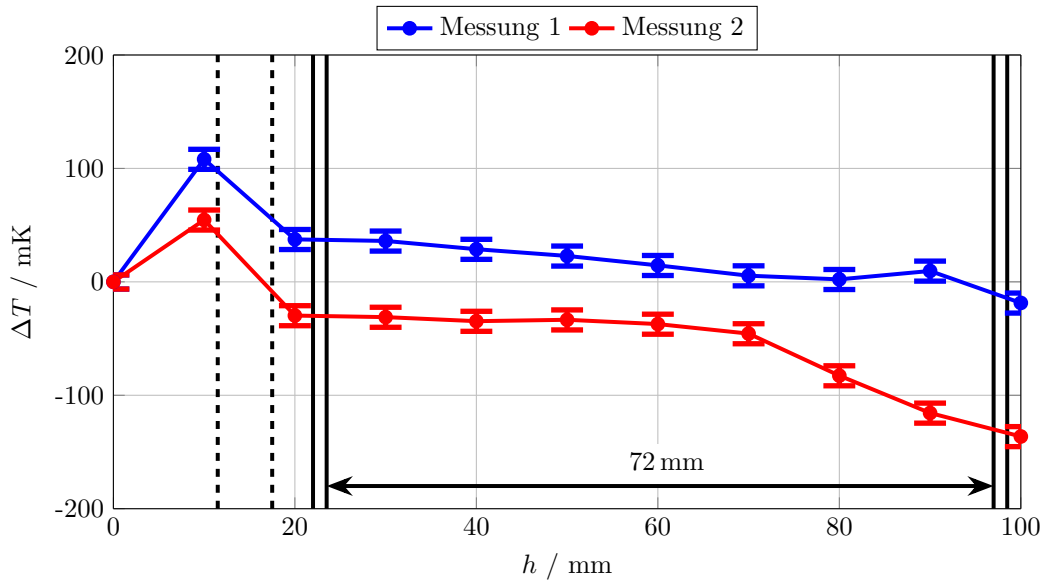


Abbildung 8.1: Reproduzierbarkeit des Temperaturprofils bei 220 °C. Die kombinierte Standardunsicherheit des Profils berechnet sich aus den Standardunsicherheiten des untersten Messpunktes und des jeweiligen Messpunktes.

$$\Delta T = \frac{U_{\text{Mess}}}{S} + \frac{U_{\text{TE}}}{S} + \delta\Delta T_{\dot{Q}} \quad (8.12)$$

- U_{Mess} - Gemessene Spannung
- U_{TE} - Korrektur der parasitären Thermospannungen
- $\delta\Delta T_{\dot{Q}}$ - Abweichung durch parasitäre Wärmeströme

$$u(\Delta T_{\dot{Q}}) = \sqrt{\delta\Delta T_{\dot{Q},\text{Appr}}^2 + \delta\Delta T_{\dot{Q},\text{Rep}}^2} \quad (8.13)$$

In Abschnitt 7.2 ist anhand der gemessenen Temperaturprofile ersichtlich, dass

die Werte zur Korrektur des Einflusses der parasitären Wärmeströme gut eingestellt werden können. Bei erneuter Messung der Temperaturprofile sind aufgrund der hohen Unsicherheiten der Korrekturwerte größere Abweichungen zu erwarten. Dies lässt sich nur durch eine konstruktive Änderung des inneren Aufbaus und damit einer Reduzierung von parasitären Wärmeströmen verhindern (vgl. Abb. 5.14 auf S. 56).

Tabelle 8.3: Unsicherheitsbudget der Nulldetektion der WSS-Sensoren.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
U_{Mess}	0,948	μV	20,3	nV	Normal	$0,1 \times 10^6$	2,2 mK
U_{TE}	1,120	μV	0,0	nV	Normal	21,4	0,3 mK
$\delta \Delta T_{\dot{Q}}$	181,479	mK	156,3	mK	Normal	1,0	156,3 mK
ΔT	181,481	mK	156,3	mK			

8.4 Unsicherheit bei der Validierung des Blockkalibrators

Das Temperaturprofil im Blockkalibrator (Abschnitt 7.2) wurde mittels eines Pt100 (Durchmesser 1 mm, Mantelleitung), angeschlossen an das Isotech milliK, gemessen. Die kombinierte Standardunsicherheit der Temperaturmessung wird mittels des Unsicherheitsbudgets entsprechend Tab. 8.4 bestimmt. Der Beitrag der Wiederholbarkeit [JCG08, S. 47] konnte durch mehrmalige Messung mit ± 10 mK abgeschätzt werden.

$$u(\Delta T(h)) = \sqrt{u(\vartheta(0))^2 + u(\vartheta(h))^2} \quad (8.14)$$

Tabelle 8.4: Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels des 1 mm-Pt100 bei 430 °C.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
ϑ_{Mess}	430,710 83	°C	0,25	mK	Normal	1,0	0,25 mK
$\delta \vartheta_{\text{Stab}}$	0,000 00	°C	2,31	mK	Rechteck	1,0	2,31 mK
$\delta \vartheta_{\text{Abl}}$	0,000 00	°C	0,00	mK	Rechteck	1,0	0,00 mK
$\delta \vartheta_{\text{Rep}}$	0,000 00	°C	5,77	mK	Rechteck	1,0	5,77 mK
$\vartheta_{\text{Profil}}$	430,710 83	°C	6,26	mK			

Die kombinierte Standardunsicherheit des Profils $u(\Delta T(h))$ errechnet sich aus den kombinierte Standardunsicherheiten des Messwertes bei $h = 0$ mm und des jeweiligen Messwertes des Profils (Gl. (8.14)). Die Unsicherheit der Profilbestimmung ist in Abb. 8.2 dargestellt. Aus Gründen der Darstellung ist nicht für jeden Messpunkt ein Fehlerbalken eingezeichnet. Stattdessen ist der Bereich zwischen dem maximalen Messwert plus kombinierter Standardunsicherheit und dem minimalen Messwert minus kombinierter Standardunsicherheit für jede Höhe markiert. Damit ergibt sich ein Unsicherheitsband um das Temperaturprofil (grau markiert).

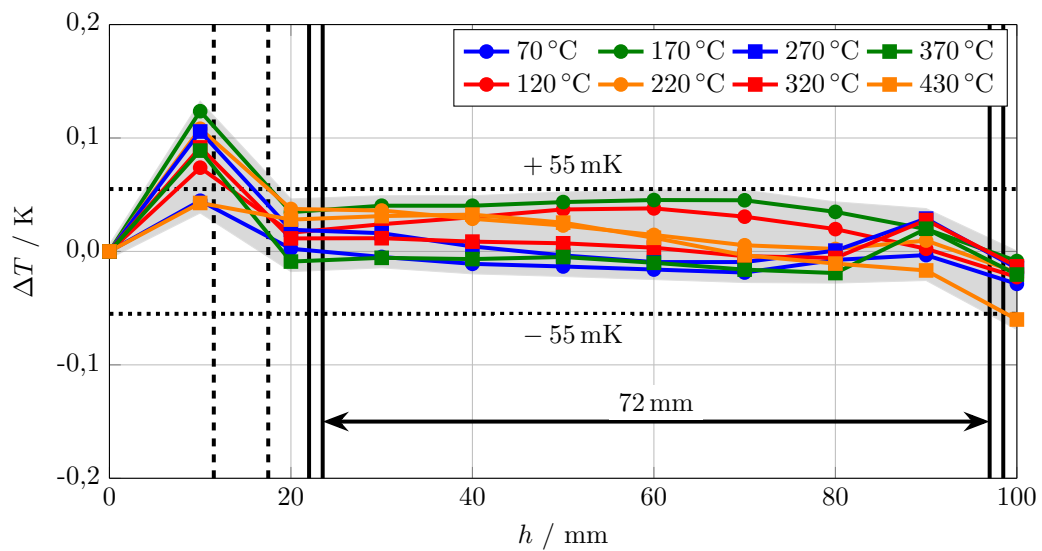


Abbildung 8.2: Auf den Messwert bei $h = 0$ mm bezogenes Temperaturprofil im Blockkalibrator im Temperaturbereich 70 °C bis 430 °C mit Unsicherheitsband (grau) analog zu Abb. 7.7.

8.5 Unsicherheit der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers

Die im Blockkalibrator erreichbare Unsicherheit der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers mit der integrierten MFPZ hängt von zwei Einflussgrößen ab. Zum einen spielt die Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperaturen eine Rolle. Diese wurde in Abschnitt 7.3 bestimmt und enthält bereits die Unsicherheit der Temperaturmessung. Aufgrund der besseren Reproduzierbarkeit wird hier die Methode der automatischen Fixpunktdetektion herangezogen. Zum anderen wird die Unsicherheit

von der Bestimmung der Abweichung zwischen der ermittelten Fixpunkttemperatur und der ITS-90-Temperatur beeinflusst. Diese kann mittels der Unsicherheitsbudgets der absoluten Widerstandsmessung mittels Agilent 34970A (Tab. 8.5) und der absoluten Temperaturmessung mittels des Referenzthermometers (Tab. 8.6) abgeschätzt werden. Hierbei wird von einem Ablauf nach dem folgenden Schema ausgegangen:

1. Externe Kalibrierung der Messkette Agilent 34970A mit Referenzthermometer an Temperatur-Fixpunkten entsprechend der ITS-90,
2. Unmittelbare folgender Einbau des Referenzthermometers in den Blockkalibrator und Messung der Fixpunkttemperaturen in der MFPZ,
3. Bestimmung der Abweichung $\delta T = \vartheta_{\text{FP}} - \vartheta_{90}$

Die Driften der Kennlinien des Messgerätes und des Referenzthermometers können in diesem Fall vernachlässigt werden und die Abweichungen $\delta\vartheta$ können bei nachfolgenden Kalibrierungen verwendet werden. Die Unsicherheit folgender Kalibrierungen wird zusätzlich von der Reproduzierbarkeit der Fixpunkttemperaturen beeinflusst (vgl. Abschnitt 7.3.2).

Tabelle 8.5: Unsicherheitsbudget der absoluten Widerstandsmessung mittels Agilent 34970A unmittelbar nach Kalibrierung.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
R_{Mess}	257,3776	Ω	0,1	m Ω	Normal	1,0	0,1 m Ω
δR_{Kal}	0,0000	Ω	6,4	m Ω	Rechteck	1,0	6,4 m Ω
δR_{Drift}	0,0000	Ω	0,0	m Ω	Rechteck	1,0	0,0 m Ω
δR_{Aufl}	0,0000	Ω	0,3	m Ω	Rechteck	1,0	0,3 m Ω
δR_T	0,0000	Ω	4,4	m Ω	Rechteck	1,0	4,4 m Ω
δR_{TE}	0,0000	Ω	0,3	m Ω	Rechteck	1,0	0,3 m Ω
R	257,3776	Ω	7,8	m Ω			

Die kombinierte Standardunsicherheit der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers $u(\vartheta_{\text{Ref}})$ kann somit mit Gl. (8.15) abgeschätzt werden. Damit ergeben sich die kombinierten Standardunsicherheiten an den Fixpunkten entsprechend Tab. 8.7.

Tabelle 8.6: Unsicherheitsbudget der absoluten Temperaturmessung mittels Referenzthermometer bei 430 °C unmittelbar nach Kalibrierung.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y/\partial x_i$	Beitrag
ϑ_{Mess}	429,9961	°C	22,9	mK	Normal	1,0	23 mK
$\delta\vartheta_{\text{Kal}}$	0,0000	°C	11,5	mK	Rechteck	1,0	12 mK
$\delta\vartheta_{\text{Drift}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
$\delta\vartheta_{\text{Stab}}$	0,0000	°C	2,3	mK	Rechteck	1,0	2 mK
$\delta\vartheta_{\text{Abl}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
$\delta\vartheta_{\text{Erw}}$	0,0000	°C	14,4	mK	Rechteck	1,0	14 mK
ϑ_{Ref}	429,9961	°C	29,5	mK			

$$\begin{aligned}
u(\vartheta_{\text{Ref}}(\text{In})) &= \sqrt{(30 \text{ mK})^2 + (17 \text{ mK})^2} \\
u(\vartheta_{\text{Ref}}(\text{Sn})) &= \sqrt{(30 \text{ mK})^2 + (21 \text{ mK})^2} \\
u(\vartheta_{\text{Ref}}(\text{Zn})) &= \sqrt{(30 \text{ mK})^2 + (41 \text{ mK})^2}
\end{aligned} \tag{8.15}$$

Die in den Blockkalibrator integrierte MFPZ bietet damit eine gute Möglichkeit der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers an drei Fixpunkten. Im Vergleich zu einer konventionellen externen Kalibrierung ist die In-situ-Kalibrierung deutlich weniger aufwändig, da das Referenzthermometer nicht ausgebaut und wieder eingebaut werden muss. Als weiterer Vorteil dieser Methode ist die Kalibrierung der kompletten Messkette inklusive Messgerät an den Fixpunkten anzusehen.

Tabelle 8.7: Abschätzung der erreichbaren kombinierten Standardunsicherheit in der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers mittels der MFPZ.

Fixpunkt	kombinierte Standardunsicherheit	Einheit
Indium	34,5	mK
Zinn	36,6	mK
Zink	50,8	mK

8.6 Unsicherheit der Darstellung der Temperatur im Blockkalibrator

Die erreichbare Unsicherheit der Darstellung der Temperatur im Blockkalibrator ϑ_{BK} ist ein wesentliches Kriterium zur Bewertung des entwickelten Konzeptes und für den Vergleich mit dem Stand der Technik. Sie setzt sich aus den Beiträgen der Unsicherheit der Referenztemperatur (Tab. 8.8) und der Unsicherheit auf Grund der Temperaturdifferenzen in der Prüflingsaufnahme zusammen (Gl. (8.16)). Bei der Berechnung der kombinierten Standardunsicherheit der Referenztemperatur wurden die Unsicherheitsbeiträge der In-situ-Kalibrierung berücksichtigt. Der Beitrag der Unsicherheit der Kennlinienapproximation (vgl. Abschnitt A.3) wird mit einem bei einer ITS-90-Fixpunktkalibrierung des Referenzthermometers ermittelten Wert von 16 mK abgeschätzt (vgl. Abb. A.22).

Tabelle 8.8: Unsicherheitsbudget des in-situ-kalibrierten Referenzthermometers bei 430 °C.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
ϑ_{Mess}	429,9961	°C	22,9	mK	Normal	1,0	23 mK
$\delta\vartheta_{\text{Kal}}$	0,0000	°C	50,5	mK	Rechteck	1,0	51 mK
$\delta\vartheta_{\text{Drift}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
$\delta\vartheta_{\text{Stab}}$	0,0000	°C	2,3	mK	Rechteck	1,0	2 mK
$\delta\vartheta_{\text{Abl}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
$\delta\vartheta_{\text{Erw}}$	0,0000	°C	14,4	mK	Rechteck	1,0	14 mK
ϑ_{Ref}	429,9961	°C	57,4	mK			

$$u(\vartheta_{\text{BK}}) = \sqrt{(57 \text{ mK})^2 + \left(\frac{55 \text{ mK}}{\sqrt{3}}\right)^2} \quad (8.16)$$

Für die Darstellung der Temperatur im Blockkalibrator ergibt sich damit eine kombinierte Standardunsicherheit von 65 mK bei 430 °C. Für niedrigere Temperaturen sind geringere Unsicherheiten zu erwarten. Die erweiterte Unsicherheit von 130 mK ($k = 2$) dient zur Bewertung des entwickelten Konzeptes im Vergleich zum Stand der Technik (Tab. 3.2 auf S. 24 und Tab. 9.1). Hierbei ist zu beachten, dass bei der Verwendung von Blockkalibratoren nach dem Stand der Technik meist externe Referenzthermometer (industrielle Pt100 oder SPRTs) eingesetzt werden. Mit dem in dieser Arbeit entwickelten Konzept kann die gleiche erweiterte Unsicherheit wie

bei den Verfahren mit externem Referenzthermometer erreicht werden. Da bei dem entwickelten Blockkalibrator kein zusätzliches Thermometer benötigt wird, ist diese Eigenschaft trotz quantitativ vergleichbarer Unsicherheit besser zu bewerten.

9 Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wird ein Konzept eines Blockkalibrators beschrieben. Der Blockkalibrator verfügt über eine Mehrzonenheizung mit Wärmestromsensoren und eine integrierte Mehrfachfixpunktzelle. Durch die Verwendung von Wärmestromsensoren kann in Verbindung mit der Mehrzonenheizung das axiale Temperaturprofil im Blockkalibrator im Vergleich zum Stand der Technik deutlich verbessert werden. Anders als bei im Stand der Technik bekannten Verfahren ist durch die Verwendung von Wärmestromsensoren anstatt mehrerer Temperatursensoren die Detektion von Temperaturdifferenzen prinzipbedingt driftfrei. Das hierfür entwickelte Regelungskonzept wurde auf Basis von Modellen der einzelnen Regelstrecken dimensioniert und basiert im Wesentlichen auf Standard-Regelalgorithmen. Die für den Einsatz im Blockkalibrator konstruierten Wärmestromsensoren basieren auf dem Transversalen Seebeck-Effekt und wurden mittels eines dafür entwickelten Kalibrieraufbaus kalibriert. Die Messung des Temperaturprofils im Blockkalibrator zeigt, dass mit dem gefundenen Konzept, den dafür hergestellten Wärmestromsensoren und dem entwickelten Regelungskonzept Temperaturabweichungen von der Referenztemperatur kleiner 55 mK in der Zone homogener Temperatur der Länge 72 mm möglich sind. Hierbei zeigt die Temperatur des Referenzthermometers eine Regelstabilität von ± 3 mK. Die in den Ausgleichsblock des Blockkalibrators integrierte Mehrfachfixpunktzelle erlaubt eine In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers an den drei Temperatur-Fixpunkten Indium, Zinn, und Zink. Die Fixpunkttemperaturen dieser drei Fixpunkte konnten durch ein modellbasiertes Verfahren reproduzierbar (In: ± 17 mK, Sn: ± 21 mK und Zn: ± 41 mK) dargestellt werden. Durch die In-situ-Kalibrierung des internen Referenzthermometers in Verbindung mit der erreichten Homogenität des Temperaturprofils kann die Temperatur im Blockkalibrator mit einer erweiterten Unsicherheit von 130 mK ($k = 2$) für den kritischsten Fall am oberen Ende des Arbeitstemperaturbereichs bei $\vartheta = 430$ °C dargestellt werden. Für niedrigere Temperaturen sind dementsprechend geringere Unsicherheiten zu erwarten.

Der Vergleich der Eigenschaften des entwickelten Blockkalibrators mit dem Stand

der Technik (Tab. 9.1) zeigt, dass eine deutliche Verbesserung im Vergleich zu konventionellen Blockkalibratoren erreicht wurde. Hinsichtlich der erreichbaren Unsicherheit ist zu beachten, dass bei konventionellen Blockkalibratoren Vergleichsverfahren bei der Kalibrierung eingesetzt werden. Hierbei werden externe Referenzthermometer (industrielle Pt100 oder SPRTs) verwendet. Dies ist bei dem in dieser Arbeit entwickelten Konzept auf Grund der Möglichkeit der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers nicht notwendig, was eine zusätzliche Verbesserung darstellt. Die im Vergleich zum Stand der Technik schlechter bewerteten Eigenschaften der Transportierbarkeit und des Arbeitstemperaturbereiches sind dem Experimentalaufbau geschuldet. Bei einer Überführung des Konzeptes in ein industrielles Produkt kann eine in das Gehäuse integrierte Elektronik vorgesehen werden, die den Platzbedarf und das Gewicht deutlich reduziert. Auch der Arbeitstemperaturbereich ist ohne Einschränkungen durch das Konzept zu höheren Temperaturen erweiterbar. Hier sind lediglich die zulässigen Maximaltemperaturen der eingesetzten Materialien zu berücksichtigen. In Richtung niedrigerer Temperaturen ist eine Erweiterung des Arbeitstemperaturbereichs nur eingeschränkt möglich, da die Eigenschaften des Regelungskonzeptes ohne aktive Kühlung mit Annäherung der Arbeitstemperatur an die Umgebungstemperatur schlechter werden.

Tabelle 9.1: Exemplarischer Vergleich der Eigenschaften der Gerätegattungen Badthermostat (BT), Rohröfen (RO), Blockkalibrator (BK) und neu entwickelter Blockkalibrator (BK neu). Die Werte in Klammern gelten für Rohröfen mit Wärmerohr (WR). Die Gesamtbewertung ergibt sich aus der Summe der gewichteten Erfüllungsgrade (0 entspricht nicht erfüllt, 4 entspricht ideal erfüllt).

Eigenschaft	Gew.	BT	RO (WR)	BK	BK neu
Längste Außenkante	1	3	1 (1)	4	3
Gewicht	1	3	0 (0)	4	3
Min. Arbeitstemperatur	2	3	0 (0)	3	2
Max. Arbeitstemperatur	2	1	4 (4)	4	3
Auflösung	2	3	0 (1)	3	4
Homogene Länge	2	4	4 (4)	2	4
Homogenität	3	4	0 (3)	0	2
Stabilität	3	3	0 (0)	3	4
Erreichbare Unsicherheit ($k = 2$)	4	4	1 (2)	2	2
Gesamtbewertung		65	21 (36)	49	58

Die gewonnenen Ergebnisse zeigen das hohe Potenzial des entwickelten Konzepts für die Anwendung in der industriellen Kalibriertechnik von Berührungsthermometern. Neben der Anwendung des Gesamtkonzepts kann auch die Verwendung von Teillösungen industrielle Produkte signifikant verbessern. So ist beispielsweise das gezeigte Konzept der Mehrzonenheizung mit Wärmestromsensoren zur Homogenisierung des Temperaturfeldes nicht nur für Blockkalibratoren, sondern bspw. auch für Rohröfen geeignet. Auch bei der Gerätetechnik abseits der Kalibrierung von Thermometern, bspw. bei Prozessöfen, kann der Einsatz von Wärmestromsensoren das Temperaturfeld verbessern.

Zur Bewertung der Langzeitstabilität der Eigenschaften des Blockkalibrators sollten entsprechende Untersuchungen durchgeführt werden. Hier sind insbesondere die Driften der Fixpunkttemperaturen nach dem Einfluss von thermischem Stress auf die Mehrfachfixpunktzelle zu untersuchen, um die Qualität der In-situ-Kalibrierung über den gesamten Produktlebenszyklus abschätzen zu können. Auch die Stabilität der Korrekturwerte der Signale der Wärmestromsensoren sollte untersucht werden. Hierbei ist zusätzlich die Überarbeitung der Konstruktion des Blockkalibrators in Betracht zu ziehen. Die Unsicherheit der Nulldetektion lässt sich wesentlich verringern, wenn die Entstehung von parasitären Wärmeströmen verhindert wird. Dies lässt sich durch eine Änderung der Einbausituation erreichen. Auch durch Verwendung einer speziell angepassten Messelektronik ließe sich die Unsicherheit weiter verringern. Die Empfindlichkeit der Wärmestromsensoren selbst kann durch Anpassung der Geometrie und durch Verringerung der thermischen Kontaktwiderstände zwischen Wärmestromsensor und Ausgleichsblock erhöht werden. Hier ist weitere Entwicklungsarbeit zu leisten.

Anhang

A.1 Wärmestromsensoren

In diesem Abschnitt sind die Kalibrierungen der WSS bei den Temperaturen 50 °C, 100 °C, 150 °C und 200 °C dargestellt (Ergänzung zu Abschnitt 5.3).

A.1.1 Kalibrierungen der Wärmestromsensoren

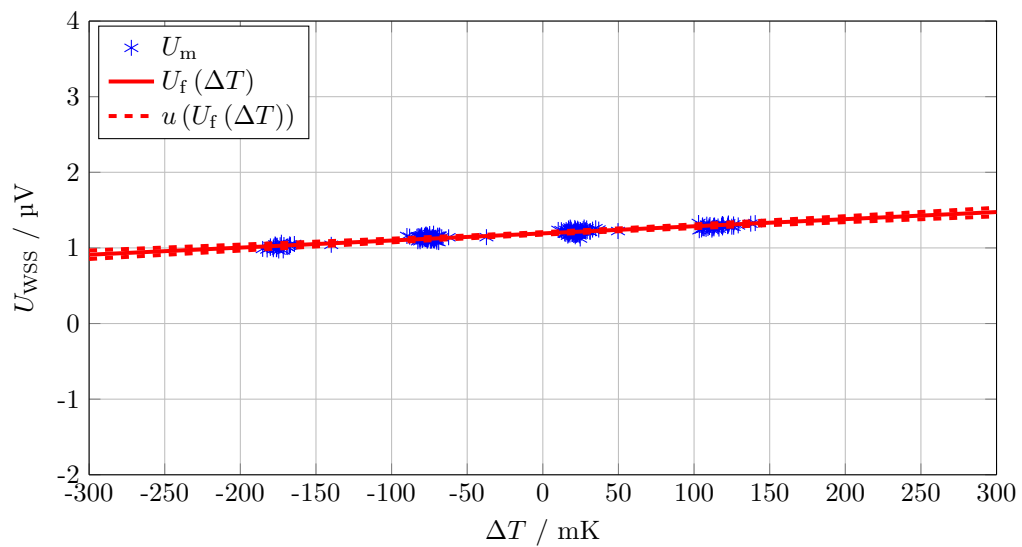


Abbildung A.1: Gemessene Signale U_{m} und gefittete Ausgleichsgerade $U_{\text{f}}(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem oberen WSS (WSS_{O}). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 50\text{ °C}$.

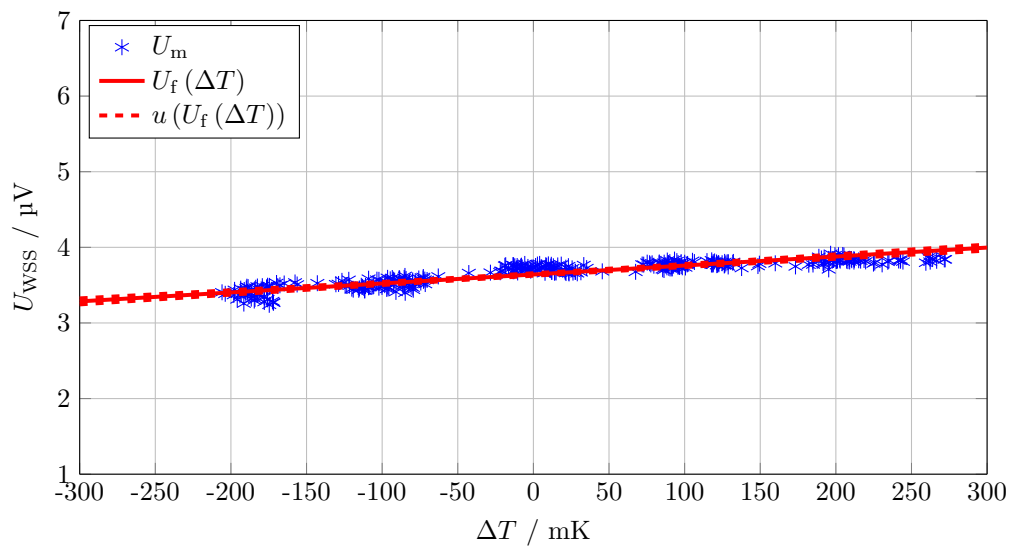


Abbildung A.2: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem oberen WSS (WSS_O). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 100\text{ }^\circ\text{C}$.

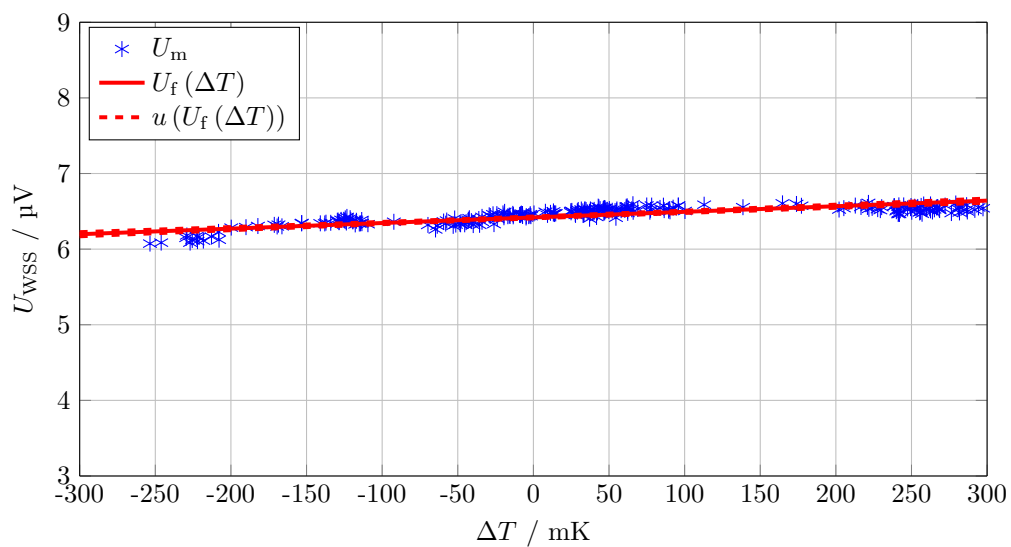


Abbildung A.3: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem oberen WSS (WSS_O). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 150\text{ }^\circ\text{C}$.

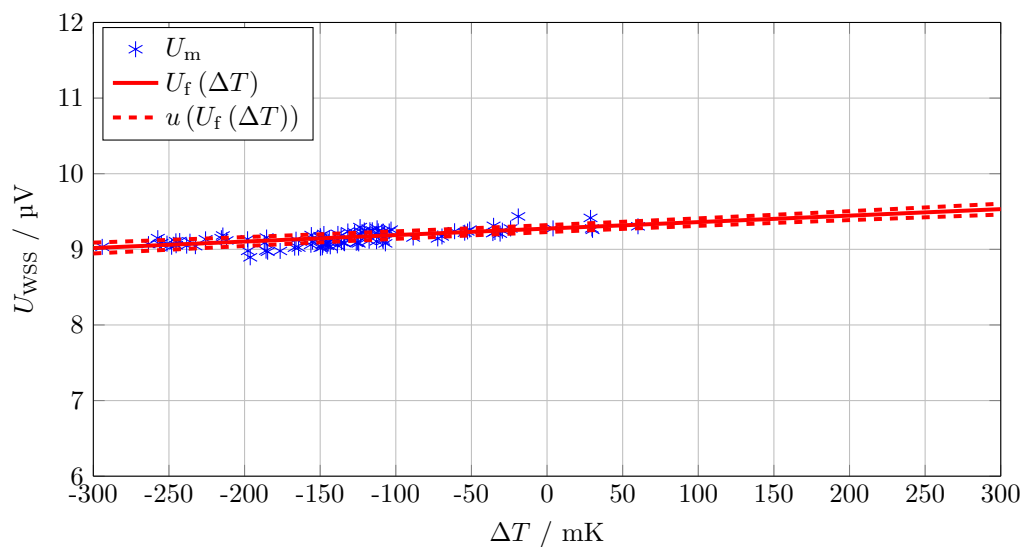


Abbildung A.4: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem oberen WSS (WSS_O). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 200^\circ\text{C}$.

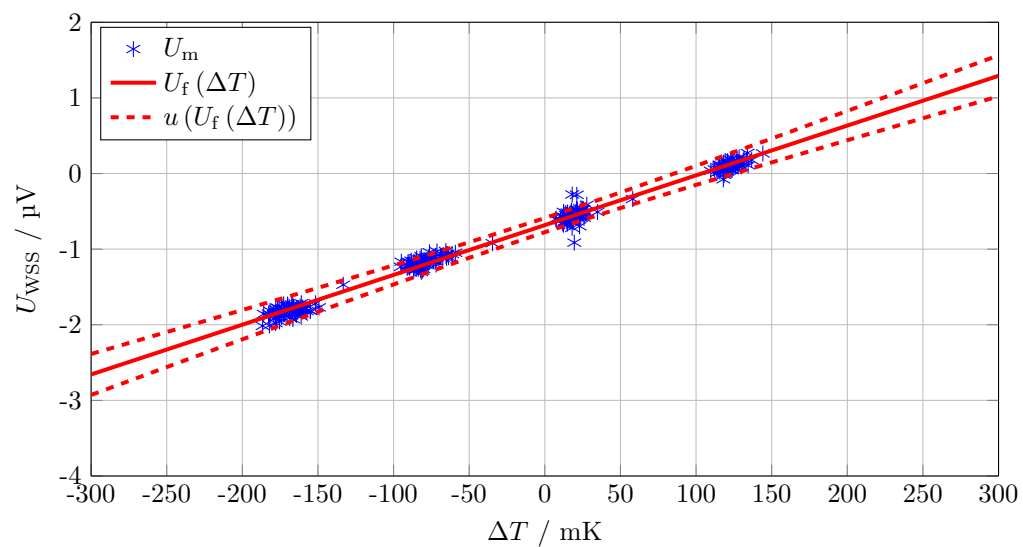


Abbildung A.5: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem mittleren WSS (WSS_M). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 50^\circ\text{C}$.

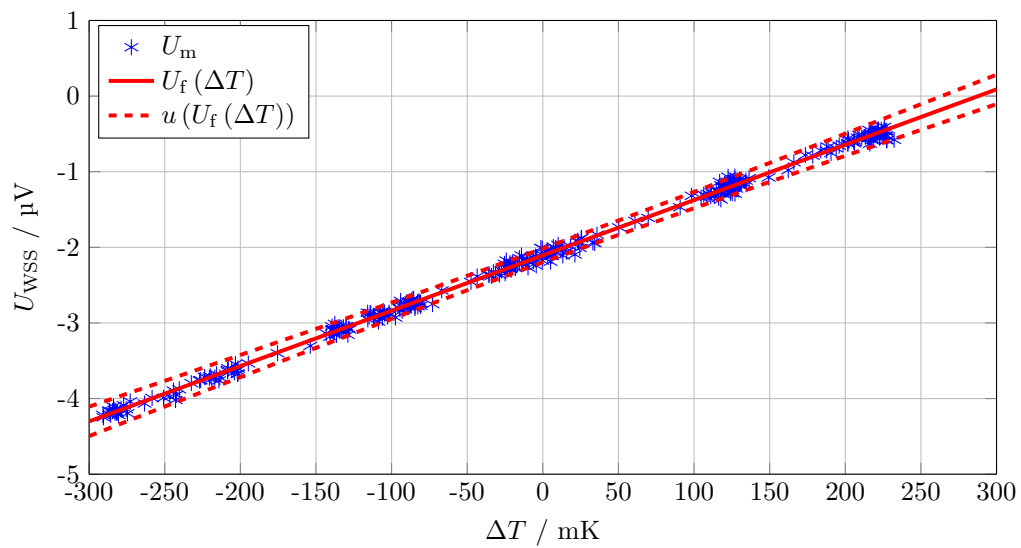


Abbildung A.6: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperatur-differenz über dem mittleren WSS (WSS_M). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 100\text{ }^\circ\text{C}$.

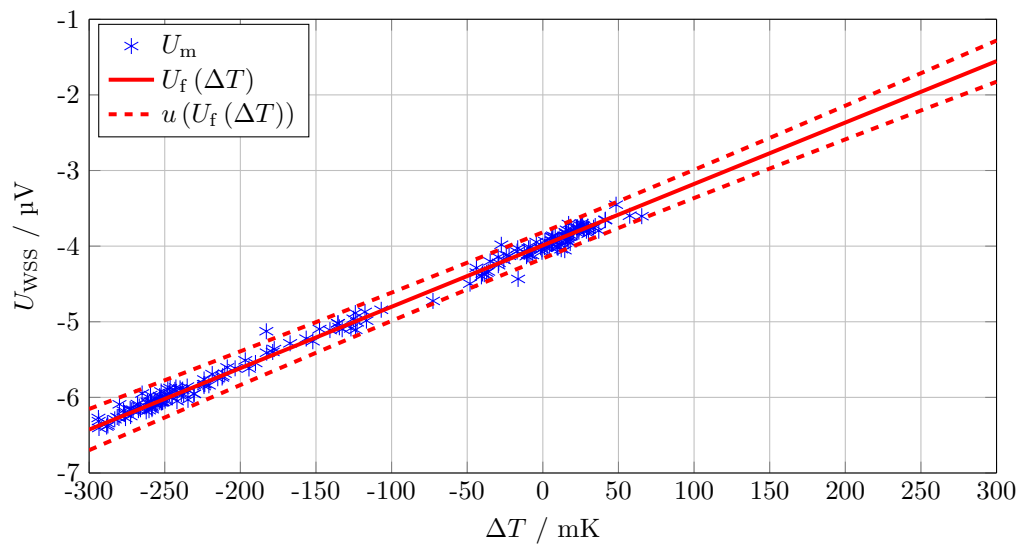


Abbildung A.7: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperatur-differenz über dem mittleren WSS (WSS_M). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 150\text{ }^\circ\text{C}$.

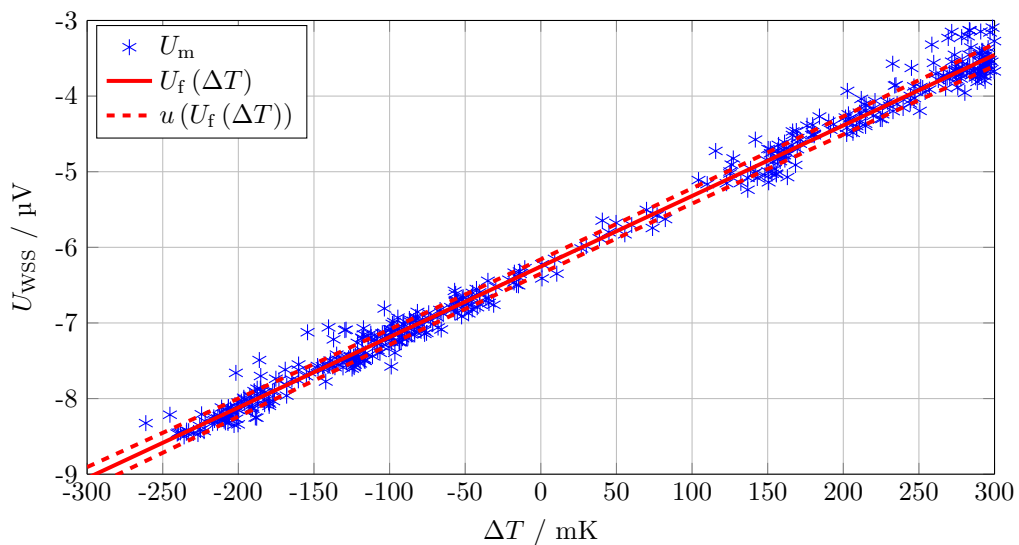


Abbildung A.8: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperatur-differenz über dem mittleren WSS (WSS_M). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 200\text{ }^\circ\text{C}$.

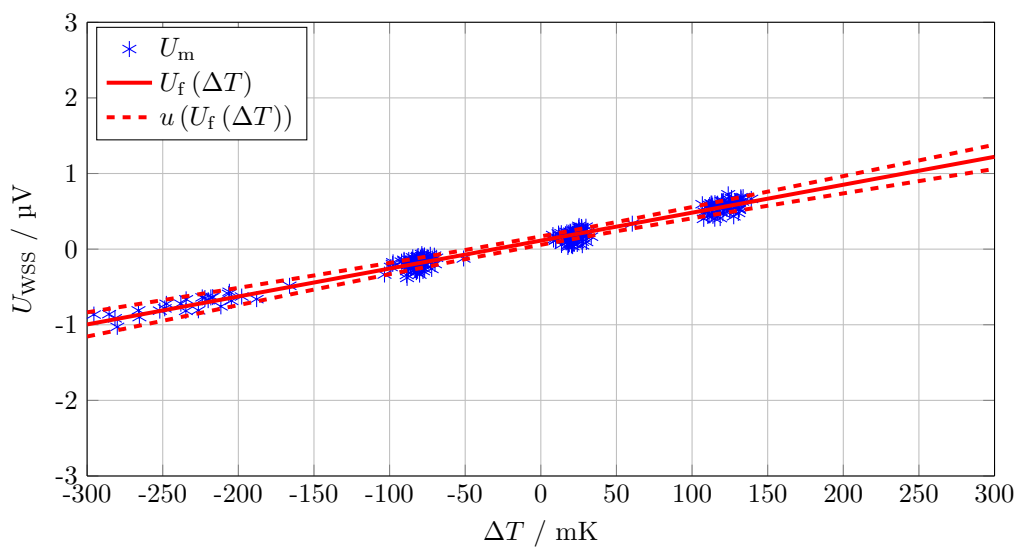


Abbildung A.9: Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperatur-differenz über dem unteren WSS (WSS_U). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 50\text{ }^\circ\text{C}$.

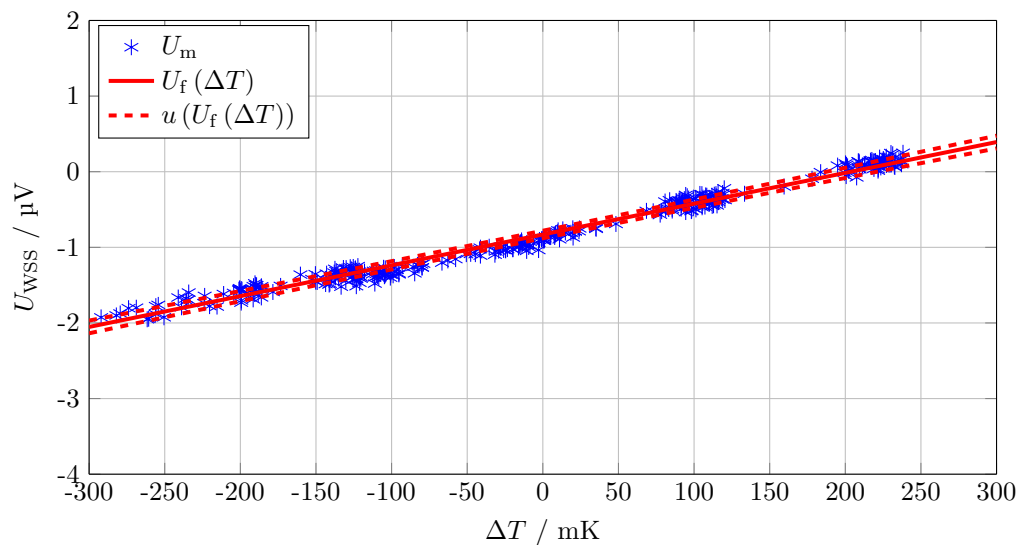


Abbildung A.10: Gemessene Signale U_{m} und gefittete Ausgleichsgerade $U_{\text{f}}(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem unteren WSS (WSS_{U}). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

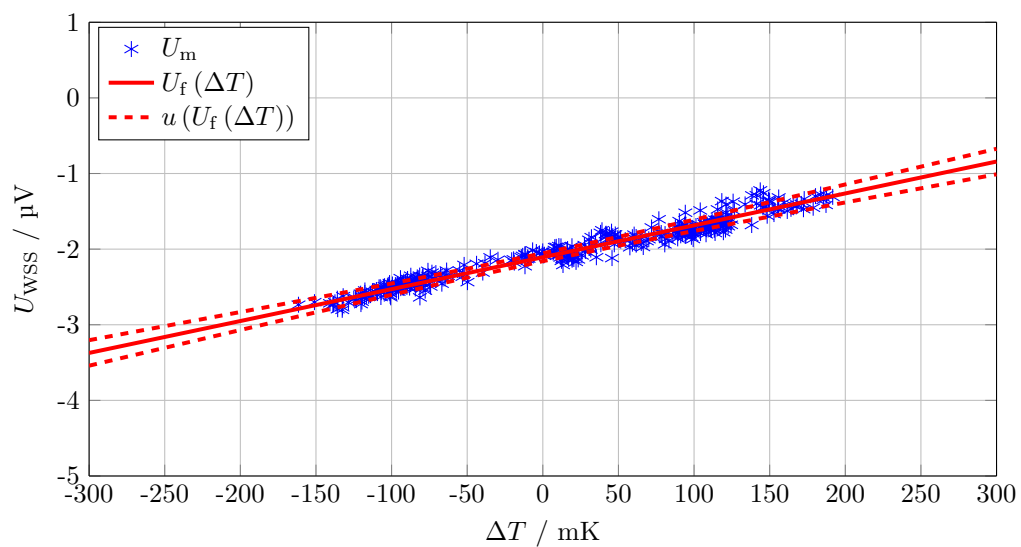


Abbildung A.11: Gemessene Signale U_{m} und gefittete Ausgleichsgerade $U_{\text{f}}(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem unteren WSS (WSS_{U}). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 150\text{ }^{\circ}\text{C}$.

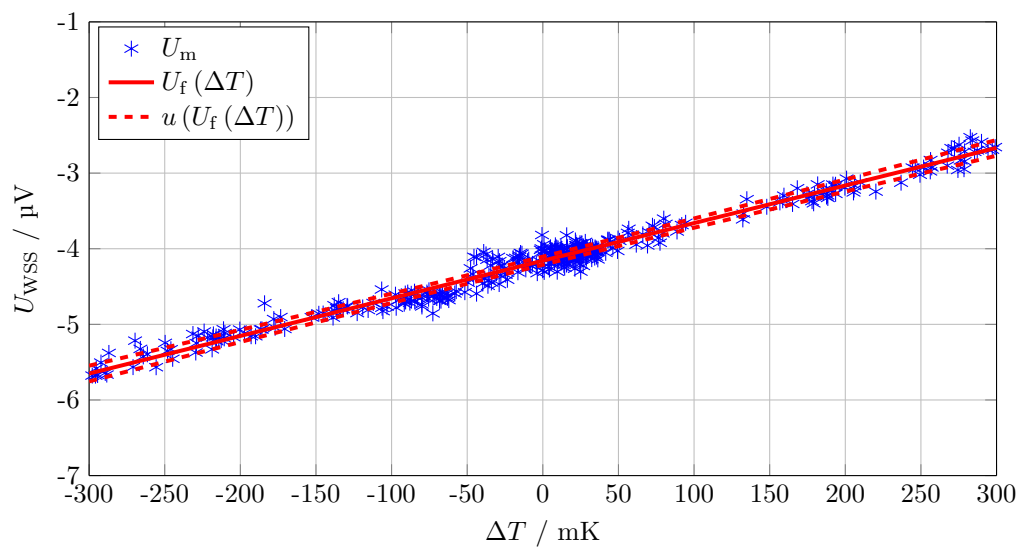


Abbildung A.12: Gemessene Signale U_{m} und gefittete Ausgleichsgerade $U_{\text{f}}(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem unteren WSS (WSS_{U}). Dargestellt ist die Kalibrierung bei $\vartheta = 200^\circ\text{C}$.

A.2 Regelungskonzept

In diesem Abschnitt sind das lineare Gleichungssystem zur Bestimmung der Übertragungsfunktion (Ergänzung zu Abschnitt 6.1.2) und die Übereinstimmung der Modelle mit den Messdaten (Ergänzung zu Abschnitt 6.1.3) dargestellt.

A.2.1 Lineares Gleichungssystem zur Bestimmung der Übertragungsfunktion

$$\begin{aligned}0 &= -\dot{Q}_{1,0} - \dot{Q}_1 + \dot{Q}_{1,2} \\0 &= -\dot{Q}_{1,2} - \dot{Q}_2 + \dot{Q}_{2,3} \\0 &= -\dot{Q}_{2,3} + P - \dot{Q}_{3,4} \\0 &= -\dot{Q}_{4,0} - \dot{Q}_4 + \dot{Q}_{3,4}\end{aligned}\tag{A.1}$$

$$\begin{aligned}0 &= R_{1,0} \dot{Q}_{1,0} - T_1 \\0 &= R_{1,2} \dot{Q}_{1,2} + T_1 - T_2 \\0 &= R_{2,3} \dot{Q}_{2,3} + T_2 - T_3 \\0 &= -\frac{\dot{Q}_4}{m_4 c_4} \frac{1}{s} + T_4 \\0 &= \frac{\dot{Q}_1}{m_1 c_1} \frac{1}{s} - T_1 \\0 &= \frac{\dot{Q}_2}{m_2 c_2} \frac{1}{s} - T_2 \\0 &= -R_{3,4} \dot{Q}_{3,4} + T_3 - T_4 \\0 &= -R_{4,0} \dot{Q}_{4,0} + T_4\end{aligned}\tag{A.2}$$

A.2.2 Übereinstimmung der Modelle

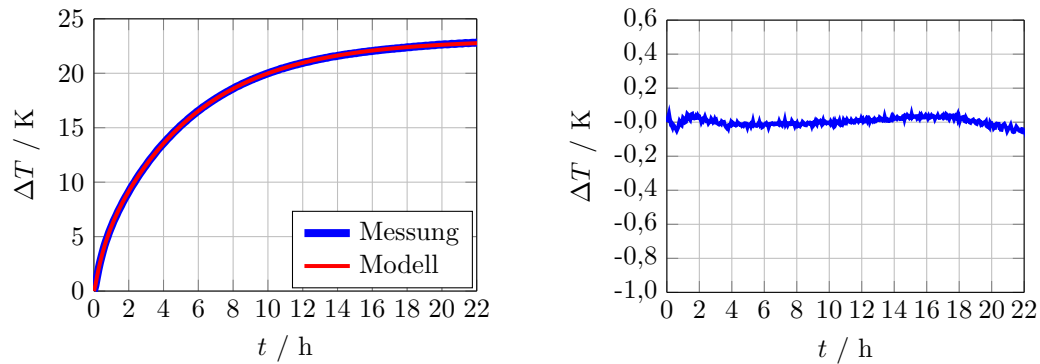


Abbildung A.13: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_A \rightarrow T_A$.

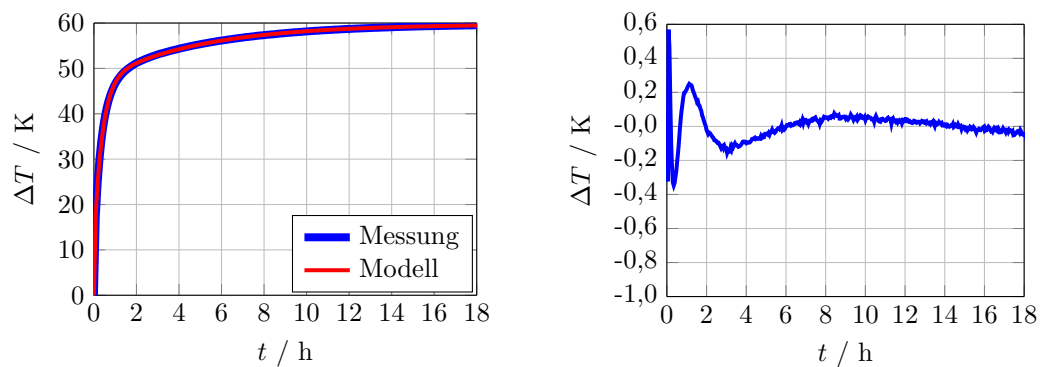


Abbildung A.14: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_{Da} \rightarrow T_{Da}$. Hier wurde statt dem Modell mit einer Vorhaltezeitkonstante ein Modell mit zwei Vorhaltezeitkonstanten verwendet.

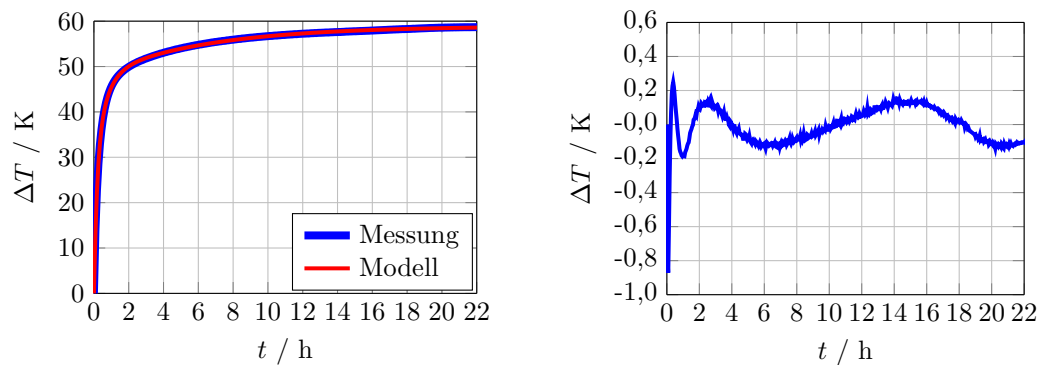


Abbildung A.15: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_{Di} \rightarrow T_{Di}$. Hier wurde statt dem Modell mit einer Vorhaltezeitkonstante ein Modell mit zwei Vorhaltezeitkonstanten verwendet.

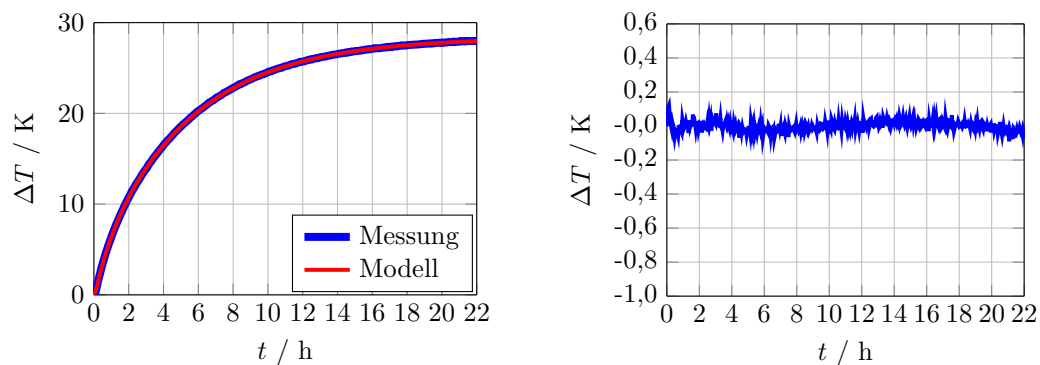


Abbildung A.16: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_O \rightarrow T_O$.

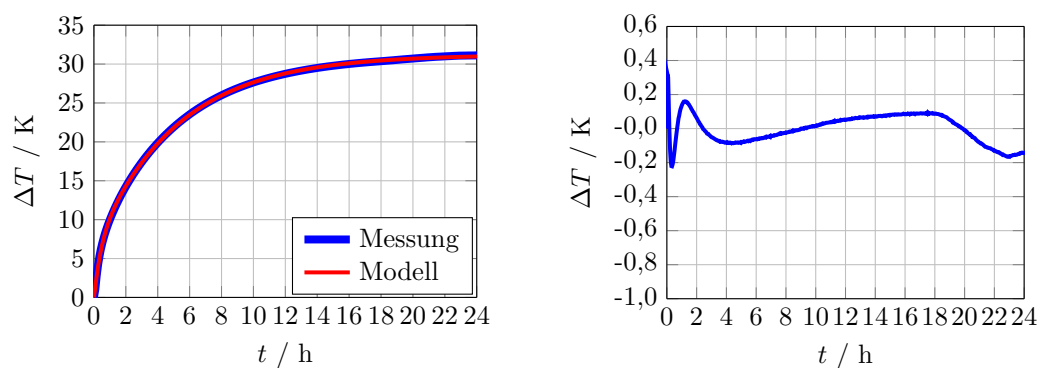


Abbildung A.17: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_U \rightarrow T_{Ref}$.

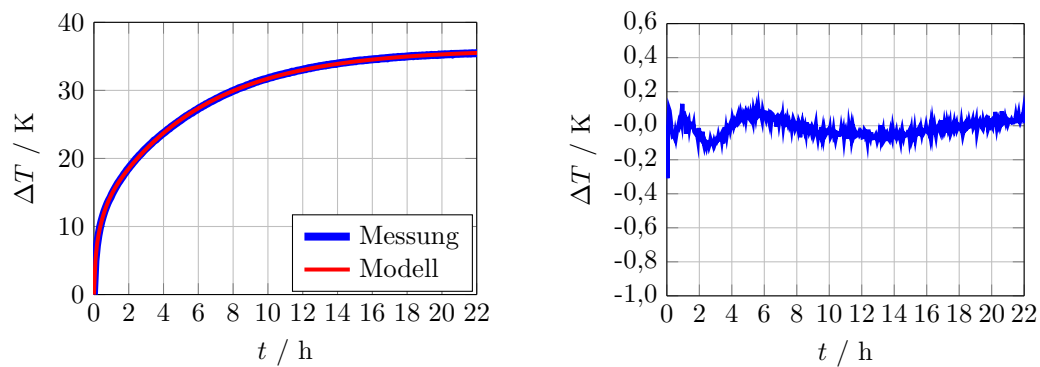


Abbildung A.18: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_{Bi} \rightarrow T_{Bi}$. Hier wurde statt dem Modell mit einer Vorhaltezeitkonstante ein Modell mit zwei Vorhaltezeitkonstanten verwendet.

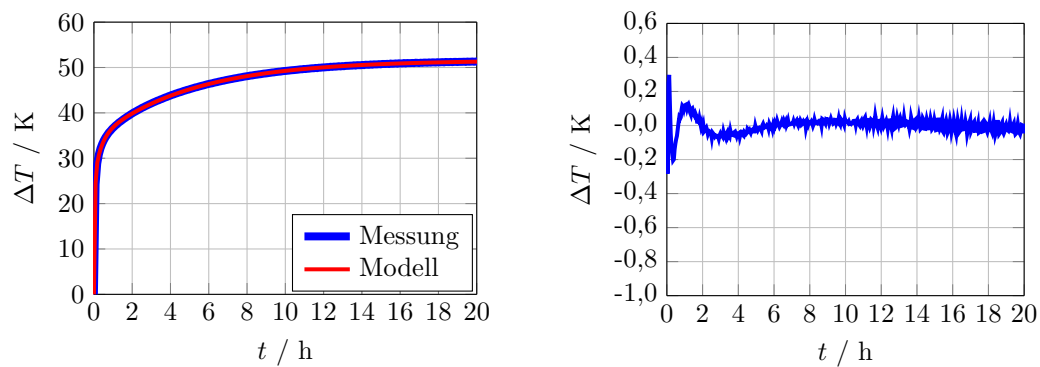


Abbildung A.19: Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort (links) und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort (rechts) der Strecke $P_{Ba} \rightarrow T_{Ba}$. Hier wurde statt dem Modell mit einer Vorhaltezeitkonstante ein Modell mit zwei Vorhaltezeitkonstanten verwendet.

A.3 Unsicherheit

In diesem Abschnitt sind die der Unsicherheitsbetrachtung in Kapitel 8 vorausgehenden Betrachtungen dargestellt.

A.3.1 Unsicherheit der Widerstandsmessung

Die Ermittlung der kombinierten Standardunsicherheit der Widerstandsmessung erfolgt mit der Modellgleichung (A.3) für die absolute Messung und mit (A.4) für die relative Messung.

$$R = R_{\text{Mess}} + \delta R_{\text{Kal}} + \delta R_{\text{Drift}} + \delta R_{\text{Aufl}} + \delta R_T + \delta R_{\text{TE}} \quad (\text{A.3})$$

$$R = R_{\text{Mess}} + \delta R_{\text{Kal}} + \delta R_{\text{Aufl}} \quad (\text{A.4})$$

R_{Mess}	-	Gemessener Widerstand
δR_{Kal}	-	Abweichung durch die Kalibrierung des Messgerätes
δR_{Drift}	-	Abweichung durch die Drift des Messgerätes seit der letzten Kalibrierung
δR_{Aufl}	-	Abweichung durch die endliche Auflösung des Messgerätes
δR_T	-	Abweichung durch den Einfluss der Umgebungstemperatur
δR_{TE}	-	Abweichung durch nicht kompensierte parasitäre Thermospannungen

A.3.1.1 Messung mit Agilent 34970A

Die Unsicherheitsbetrachtung der Widerstandsmessung mit dem Digitalmultimeter Agilent 34970A betrifft die Temperaturmessung mit dem Referenzthermometer (Abschnitt 4.4). Die Unsicherheitsbeiträge wurden auf Basis der Angaben im Gerätedatenblatt [Agi11] ermittelt.

Kalibrierung des Messgerätes, δR_{Kal} : Im Gerätedatenblatt wird die Standardunsicherheit der Messung für den verwendeten Messbereich $\psi = 1 \text{ k}\Omega$ mit

$$\delta R_{\text{Kal}} = 20 \times 10^{-6} \times \omega + 6 \times 10^{-6} \times \psi \quad (\text{A.5})$$

angegeben.

Drift des Messgerätes, δR_{Drift} : Im Gerätedatenblatt wird die Gerätedrift pro Jahr für den verwendeten Messbereich $\psi = 1 \text{ k}\Omega$ mit

$$\delta R_{\text{Drift}} = 100 \times 10^{-6} \times \omega + 10 \times 10^{-6} \times \psi \quad (\text{A.6})$$

angegeben. Zur Berücksichtigung der Langzeitdrift wird ein Zeitraum von 3 Jahren seit der letzten Kalibrierung angenommen. Der Unsicherheitsbeitrag der Kurzzeitdrift ist in δR_{Kal} enthalten.

Auflösung des Messgerätes, δR_{Auf} : Durch die endliche Auflösung von $6\frac{1}{2}$ Stellen ergibt sich eine Abweichung von $(0,0 \pm 0,5) \text{ m}\Omega$ für den verwendeten Messbereich von $1 \text{ k}\Omega$.

Einfluss der Umgebungstemperatur, δR_T : Im Gerätedatenblatt ist der Einfluss der Umgebungstemperatur für den verwendeten Messbereich $\psi = 1 \text{ k}\Omega$ mit

$$\delta R_T = (6 \times 10^{-6} \times \omega + 1 \times 10^{-6} \times \psi) \Delta T \quad (\text{A.7})$$

angegeben. Hier wird zwar von Temperaturbereichen außerhalb von $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ ausgegangen, die Angabe kann dennoch zur Abschätzung des Unsicherheitsbeitrages verwendet werden. Die Laborklimaanlage stellt eine konstante Raumtemperatur von $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ ein.

Parasitäre Thermospannungen, δR_{TE} : Durch die automatische Offset-Kompensation des Messgerätes werden parasitäre Thermospannungen nahezu vollständig kompensiert. Die Abweichung kann daher mit der Größenordnung der Auflösungsgrenze abgeschätzt werden.

A.3.1.2 Messung mit Isotech milliK

Das Isotech milliK Precision Thermometer ist ein vorwiegend zur Temperaturmessung mittels Pt100 und Thermoelementen verwendetes Gerät. Es wurde zur Messung der Temperaturprofile (Abschnitte 3.2 und 7.2) zusammen mit einem Pt100 (Durchmesser 1 mm, Mantelleitung) verwendet. Die Unsicherheitsbeiträge wurden auf Basis der

Tabelle A.1: Unsicherheitsbudget der absoluten Widerstandsmessung mit dem Digitalmultimeter 34970A bei 430 °C, 100 Messwerte zur Bestimmung der Standardunsicherheit von R_{Mess} .

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
R_{Mess}	257,3776	Ω	0,1	m Ω	Normal	1,0	0,1 m Ω
δR_{Kal}	0,0000	Ω	6,4	m Ω	Rechteck	1,0	6,4 m Ω
δR_{Drift}	0,0000	Ω	61,9	m Ω	Rechteck	1,0	61,9 m Ω
δR_{Aufl}	0,0000	Ω	0,3	m Ω	Rechteck	1,0	0,3 m Ω
δR_T	0,0000	Ω	4,4	m Ω	Rechteck	1,0	4,4 m Ω
δR_{TE}	0,0000	Ω	0,3	m Ω	Rechteck	1,0	0,3 m Ω
R	257,3776	Ω	62,4	m Ω			

Tabelle A.2: Unsicherheitsbudget der relativen Widerstandsmessung mit dem Digitalmultimeter 34970A bei 430 °C, 100 Messwerte zur Bestimmung der Standardunsicherheit von R_{Mess} .

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
R_{Mess}	257,3776	Ω	0,1	m Ω	Normal	1,0	0,1 m Ω
δR_{Kal}	0,0000	Ω	6,4	m Ω	Rechteck	1,0	6,4 m Ω
δR_{Aufl}	0,0000	Ω	0,3	m Ω	Rechteck	1,0	0,3 m Ω
δR_T	0,0000	Ω	4,4	m Ω	Rechteck	1,0	4,4 m Ω
R	257,3776	Ω	7,8	m Ω			

Angaben im Gerätedatenblatt [Iso14] ermittelt. Da hier die absolute Messung nicht von Interesse ist, wird nur die Unsicherheit der relativen Messung betrachtet.

Kalibrierung des Messgerätes, δR_{Kal} : Im Gerätedatenblatt wird die Standardunsicherheit der Messung mit

$$\delta R_{\text{Kal}} = 5 \times 10^{-6} \times \omega \quad (\text{A.8})$$

angegeben.

Auflösung des Messgerätes, δR_{Aufl} : Durch die endliche Auflösung von 10 $\mu\Omega$ ergibt sich eine Abweichung von $(0,000 \pm 0,005) \text{ m}\Omega$.

Einfluss der Umgebungstemperatur, δR_T : Der Unsicherheitsbeitrag des Einflusses der Umgebungstemperatur ist in der Unsicherheit der Kalibrierung enthalten.

Tabelle A.3: Unsicherheitsbudget der relativen Widerstandsmessung mit dem Digitalmultimeter Isotech milliK bei 430 °C, 20 Messwerte zur Bestimmung der Standardunsicherheit von R_{Mess} .

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
R_{Mess}	257,580 452	Ω	0,010	m Ω	Normal	1,0	0,010 m Ω
δR_{Kal}	0,000 000	Ω	0,744	m Ω	Rechteck	1,0	0,744 m Ω
δR_{Auf}	0,000 000	Ω	0,003	m Ω	Rechteck	1,0	0,003 m Ω
R	257,580 452	Ω	0,744	m Ω			

A.3.2 Unsicherheit der Spannungsmessung

Die Ermittlung der kombinierten Standardunsicherheit der relativen Spannungsmessung erfolgt mit der Modellgleichung (A.9).

$$U = U_{\text{Mess}} + \delta U_{\text{Kal}} + \delta U_{\text{Auf}} + \delta U_T \quad (\text{A.9})$$

- U_{Mess} - Gemessene Spannung
- δU_{Kal} - Abweichung durch die Kalibrierung des Messgerätes
- δU_{Auf} - Abweichung durch die endliche Auflösung des Messgerätes
- δU_T - Abweichung durch den Einfluss der Umgebungstemperatur

A.3.2.1 Messung mit Agilent 34970A

Die Unsicherheitsbetrachtung der Spannungsmessung mit dem Digitalmultimeter Agilent 34970A betrifft die Signale der WSS im Blockkalibrator (vgl. Abschnitt 4.4). Die Unsicherheitsbeiträge wurden auf Basis der Angaben im Gerätedatenblatt [Agi11] ermittelt. Durch die Offset-Kompensation der WSS-Signale in der OPV-Platine ist hier nur die relative Messung und deren Unsicherheit von Interesse.

Kalibrierung des Messgerätes, δU_{Kal} : Im Gerätedatenblatt wird die Standardunsicherheit der Messung für den verwendeten Messbereich $\psi = 1 \text{ V}$ mit

$$\delta U_{\text{Kal}} = 20 \times 10^{-6} \times \omega + 6 \times 10^{-6} \times \psi \quad (\text{A.10})$$

angegeben. Die während des Betriebs auftretenden Spannungen können Werte oberhalb von 100 mV (dem kleinsten Messbereich des 34970A) erreichen, weshalb der angegebene Messbereich gewählt wurde.

Auflösung des Messgerätes, δU_{Auf} : Durch die endliche Auflösung von $6\frac{1}{2}$ Stellen ergibt sich eine Abweichung von $(0,0 \pm 0,5) \mu\text{V}$ für den verwendeten Messbereich von 1 V.

Einfluss der Umgebungstemperatur, δU_T : Der Einfluss der Umgebungstemperatur wird für den verwendeten Messbereich $\psi = 1 \text{ k}\Omega$ mit

$$\delta U_T = (5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1} \times \omega + 1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1} \times \psi) \Delta T \quad (\text{A.11})$$

angegeben. Hier wird zwar von Temperaturbereichen außerhalb von $(23 \pm 5)^\circ\text{C}$ ausgegangen, die Angabe kann dennoch zur Abschätzung des Unsicherheitsbeitrages verwendet werden. Die Laborklimaanlage stellt eine konstante Raumtemperatur von $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ ein.

Tabelle A.4: Unsicherheitsbudget der relativen Spannungsmessung der WSS-Signale mit dem Digitalmultimeter 34970A im eingeschwungenen Zustand bei Raumtemperatur.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
U_{Mess}	49,5760	mV	46,3	μV	Normal	1,0	46,3 μV
δU_{Kal}	0,0000	mV	4,0	μV	Rechteck	1,0	4,0 μV
δU_{Auf}	0,0000	mV	0,3	μV	Rechteck	1,0	0,3 μV
δU_T	0,0000	mV	2,2	μV	Rechteck	1,0	2,2 μV
U	49,5760	mV	46,5	μV			

A.3.2.2 Messung mit DT9874

Die Unsicherheitsbetrachtung der Spannungsmessung mit dem DT9874 betrifft die Temperaturmessung mittels der Thermoelemente und die Messung des WSS-Signals bei der Kalibrierung des WSS (Abschnitt 5.3). Die Temperaturmessung mittels der Thermoelemente im Blockkalibrator (vgl. Abschnitt 4.4) wird hier nicht gesondert betrachtet, da es sich um zusätzliche Sensoren handelt, die nicht explizit zur messtechnischen Untersuchung benötigt werden.

Die Messung der Thermoelemente (Typ K) erfolgt über die sog. Thermoelement-Kanäle des Gerätes mit externer Vergleichsstelle im Eispunkt. Die Messung des WSS-Signals erfolgt über den Spannungskanal mit 10 V Messbereich.

Die Unsicherheitsbeiträge wurden auf Basis der Angaben im Gerätedatenblatt [Dat14] ermittelt.

Thermoelement-Kanal

Kalibrierung des Messgerätes, δU_{Kal} : Die Abweichung δU_{Kal} setzt sich bei diesem Gerät aus mehreren Teilkomponenten zusammen, die auf Basis von Datenblattangaben und im Rahmen der Untersuchung des Kalibrieraufbaus der WSS durchgeführten Messungen abgeschätzt werden können.

$$\delta U_{\text{Kal}} = 50 \times 10^{-6} \times \omega + 7,5 \times 10^{-6} \times \psi + \delta U_{\text{NP}} \quad (\text{A.12})$$

Hierbei ist δU_{NP} der sog. Nullpunktfehler, der beim Reset und/oder Aus- und Wiedereinschalten des Gerätes entsteht. Dieser wurde durch 100 Messreihen der in Abb. A.20 gezeigten Kurzschlussmessungen für alle verwendeten Kanäle abgeschätzt. Für den hier gezeigten Kanal 4 ergibt sich $\delta U_{\text{NP}} = (-1,52 \pm 0,48) \mu\text{V}$. Die übrigen Kanäle weisen einen geringeren Nullpunktfehler auf.

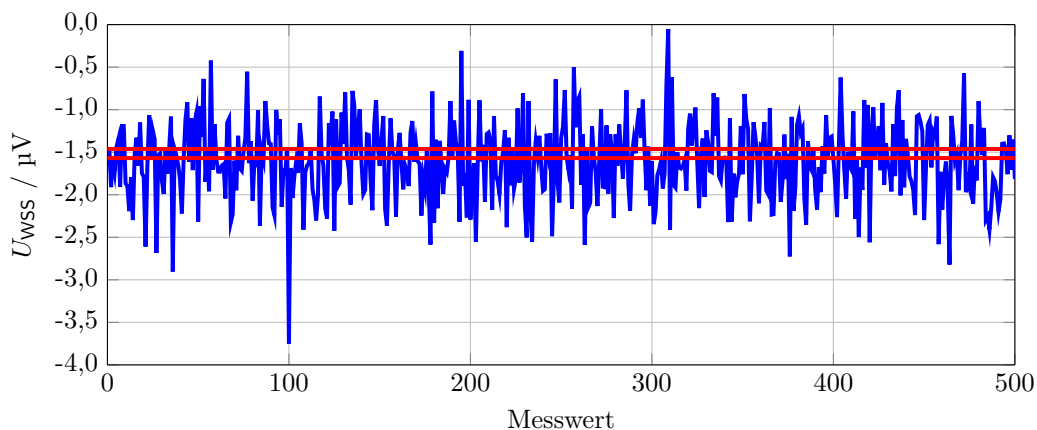


Abbildung A.20: Kurzschlussmessung am Kanal 4 des DT9874. Die Messwerte sind in blau dargestellt, die roten Markierungen stellen den Mittelwert der Messreihe plus/minus die Standardabweichung dar. Vor jedem Messwert erfolgte eine Offset-Kompensation, es wurde die gleiche Gerätekonfiguration wie im Kalibrieraufbau verwendet.

Auflösung des Messgerätes, δU_{Auf} : Die rauschfreie Auflösung kann auf Basis der Kurzschlussmessung (Abb. A.20) ermittelt werden. Hierbei dient die Standardabweichung dieser Messreihe als Maß für die Auflösungsgrenze. Die Abweichung kann damit mit $(0,00 \pm 0,49) \mu\text{V}$ abgeschätzt werden.

Tabelle A.5: Unsicherheitsbudget der relativen Spannungsmessung mit dem Digitalmultimeter DT9874 bei 200°C für das Thermoelement an Kanal 4, Mittelwert über 100 Messwerte.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
U_{Mess}	8,161 30	mV	0,04	μV	Normal	1,0	0,04 μV
δU_{Kal}	0,001 52	mV	0,84	μV	Rechteck	1,0	0,84 μV
δU_{Auf}	0,000 00	mV	0,28	μV	Rechteck	1,0	0,28 μV
U	8,162 82	mV	0,89	μV			

Einfluss der Umgebungstemperatur, δU_T : Laut Gerätedatenblatt lässt sich der Einfluss der Umgebungstemperatur mittels

$$\delta U_T = \left[(4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1} + 8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}) \times \omega + 20 \text{ nV K}^{-1} \right] \Delta T \quad (\text{A.13})$$

abschätzen. Die messwertabhängige Abweichung setzt sich aus zwei Teilen zusammen, von denen der erste durch eine Verstärkungsänderung des AD-Wandlers und der zweite durch eine Drift der AD-Referenzspannung verursacht wird. Die Laborklimaanlage stellt eine konstante Raumtemperatur von $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ ein.

Spannungskanal

Kalibrierung des Messgerätes, δU_{Kal} : Die Abweichung δU_{Kal} setzt sich bei diesem Gerät aus mehreren Teilkomponenten zusammen, die auf Basis von Datenblattangaben und im Rahmen der Untersuchung des Kalibrieraufbaus der WSS durchgeführten Messungen abgeschätzt werden können.

Die Abschätzung des Unsicherheitsbeitrages erfolgt mit

$$\delta U_{\text{Kal}} = 10 \times 10^{-6} \times \omega + 100 \times 10^{-6} \times \psi + \delta U_{\text{NP}} \quad (\text{A.14})$$

Hierbei ist δU_{NP} der sog. Nullpunktfehler, der beim Reset und/oder Aus- und Wiedereinschalten des Gerätes entsteht. Dieser wurde durch 100 Messreihen der in Abb. A.21 gezeigten Kurzschlussmessungen abgeschätzt. Für den hier gezeigten Kanal ergibt sich $\delta U_{\text{NP}} = (-69 \pm 61) \mu\text{V}$.

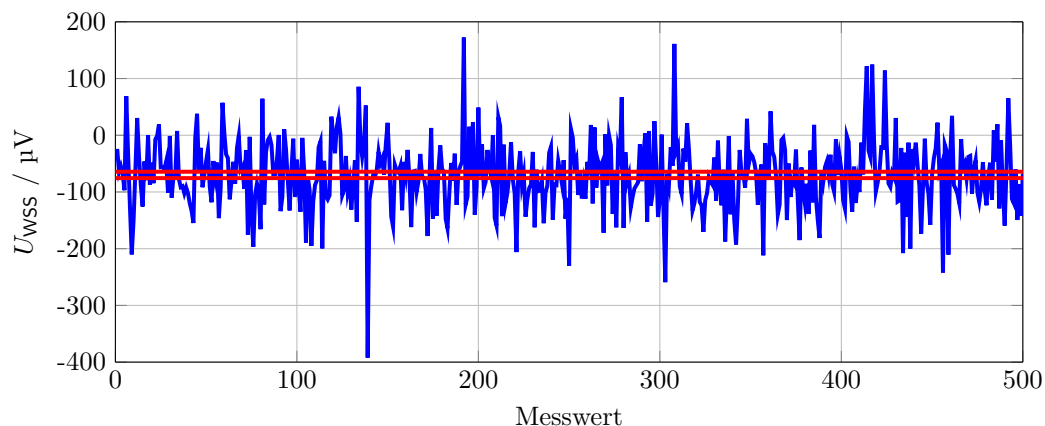


Abbildung A.21: Kurzschlussmessung Spannungskanal mit 10 V Messbereich des DT9874. Die Messwerte sind in blau dargestellt, die roten Markierungen stellen den Mittelwert der Messreihe plus/minus die Standardabweichung dar. Vor jedem Messwert erfolgte eine Offset-Kompensation, es wurde die gleiche Gerätekonfiguration wie im Kalibrier Aufbau verwendet.

Auflösung des Messgerätes, δU_{Aufl} : Die rauschfreie Auflösung kann auf Basis der Kurzschlussmessung (Abb. A.21) ermittelt werden. Hierbei dient die Standardabweichung dieser Messreihe als Maß für die Auflösungsgrenze. Die Abweichung kann damit mit $(0,000 \pm 0,061) \text{ mV}$ abgeschätzt werden.

Einfluss der Umgebungstemperatur, δU_T : Die Abschätzung Unsicherheitsbeitrages ist auf Basis der Angaben im Gerätedatenblatt mittels

$$\delta U_T = \left[(15 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1} + 8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}) \times \omega + 500 \text{ nV K}^{-1} \right] \Delta T$$

möglich. Die messwertabhängige Abweichung setzt sich aus zwei Teilen zusammen, von denen der erste durch eine Verstärkungsänderung des AD-Wandlers und der zweite durch eine Drift der AD-Referenzspannung verursacht wird. Die Laborklimaanlage stellt eine konstante Raumtemperatur von $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$ ein.

Tabelle A.6: Unsicherheitsbudget der relativen Spannungsmessung der WSS-Signale mit dem Digitalmultimeter DT9874, Mittelwert über 100 Messwerte.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
U_{Mess}	167,602	mV	325	μV	Normal	1,0	325 μV
δU_{Kal}	0,000	mV	582	μV	Rechteck	1,0	582 μV
δU_{Auf}	0,000	mV	3	μV	Rechteck	1,0	3 μV
U	167,672	mV	666	μV			

A.3.3 Unsicherheit der Temperaturmessung

A.3.3.1 Thermoelemente

Die Unsicherheitsbetrachtung der relativen Temperaturmessung mittels Thermoelementen betrifft die Oberflächentemperaturbestimmung bei der Kalibrierung der WSS und kann durch Gl. (A.15) berechnet werden.

$$\vartheta = \vartheta_{\text{Mess}} + \frac{u(U_{\text{Mess}})}{S_{\text{TE}}} + \delta\vartheta_{\text{Kal}} + \delta\vartheta_{\text{Drift}} + \delta\vartheta_{\text{Stab}} + \delta\vartheta_{\text{Abl}} + \delta\vartheta_{\text{TL}} \quad (\text{A.15})$$

- ϑ_{Mess} - Gemessene Temperatur
- S_{TE} - Empfindlichkeit des Thermoelementes
- $u(U_{\text{Mess}})$ - Unsicherheit der Spannungsmessung
- $\delta\vartheta_{\text{Kal}}$ - Abweichung durch die Kalibrierung der Kennlinie des Thermometers
- $\delta\vartheta_{\text{Drift}}$ - Abweichung durch die Drift der Kennlinie der Thermoelemente zueinander
- $\delta\vartheta_{\text{Stab}}$ - Abweichung durch die zeitliche Stabilität der Messbedingungen
- $\delta\vartheta_{\text{Abl}}$ - Abweichung durch unterschiedliche Wärmeableitung bei den einzelnen Thermoelementen
- $\delta\vartheta_{\text{TL}}$ - Abweichung durch Thermospannungen verursacht durch Temperaturgradienten in den Thermoelementleitungen

Spannungsmessung, $u(U_{\text{Mess}})$: Die gemessene Spannung ergibt zusammen mit der Empfindlichkeit des Thermoelementes S_{TE} die gemessene Temperatur. Die Unsicherheit der Spannungsmessung wird mittels des Unsicherheitsbudgets aus Tab. A.5 bestimmt.

Kalibrierung der Kennlinie des Thermometers, $\delta\vartheta_{\text{Kal}}$: Zur Ermittlung der Temperatur aus den Spannungsmesswerten wurde für alle Thermoelemente die inverse Polynomfunktion der Standard-Kennlinie [DIN13] verwendet. Die Thermoelemente wurden nur durch eine Einpunkt-Kalibrierung am Eispunkt kalibriert, wodurch hinsichtlich der absoluten Temperaturmessung die Abweichung mit der Grenzabweichung der DIN 60584 zu (0 ± 1) K abgeschätzt werden muss. Hinsichtlich der relativen Temperaturmessung der Thermoelemente untereinander kann auf Basis von Messungen bei Raumtemperatur die Abweichung mit (0 ± 150) mK abgeschätzt werden.

Drift der Sensorkennlinie, $\delta\vartheta_{\text{Drift}}$: Für die relative Temperaturmessung der Thermoelemente untereinander kann auf Basis von Messungen bei Raumtemperatur im Abstand von 9 Monaten die Abweichung mit (0 ± 30) mK abgeschätzt werden.

Zeitliche Stabilität der Messbedingungen, $\delta\vartheta_{\text{Stab}}$: Die Abweichung durch die Stabilität der Messbedingungen kann mit der Größenordnung des Rauschens des Temperatursignals zu (0 ± 10) mK abgeschätzt werden.

Wärmeableitung, $\delta\vartheta_{\text{Abl}}$: Da die Thermoelemente mit einer Eintauchtiefe von 38 mm bei einem Durchmesser von 1 mm in die Prüfkörper eingebracht sind, kann die Wärmeableitung vernachlässigt werden [DAk02].

Temperaturgradienten in der Thermoelementleitung, $\delta\vartheta_{\text{TL}}$: Um den Einfluss abzuschätzen wurden während einer Messung bei 200 °C die Thermoelementleitungen mittels warmer Luft aus einer Heißluftpistole auf niedrigster Stufe an verschiedenen Stellen erwärmt. Hierbei zeigte sich kein sichtbarer Effekt, daher wird die Abweichung durch Temperaturgradienten in der Thermoelementleitung mit der Größenordnung des Rauschens abgeschätzt. Es ergibt sich daher (0 ± 10) mK mit dem Wert aus Abschnitt A.3.2.2 und der Empfindlichkeit $S_{\text{TE}} = 40,0 \mu\text{V K}^{-1}$ [DIN13].

A.3.3.2 Pt100

Die Unsicherheitsbetrachtung der Temperaturmessung mittels Pt100 betrifft die absolute und relative Messung mit dem Referenzthermometer und die relative Messung

Tabelle A.7: Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels Thermoelement an Kanal 4 des DT9874 bei 200 °C. S_{TE} nach [DIN13].

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y/\partial x_i$	Beitrag
ϑ_{Mess}	200,6091	°C	22,3	mK	Normal	1,0	22,3 mK
$\delta\vartheta_{\text{Kal}}$	0,0000	°C	86,6	mK	Rechteck	1,0	86,6 mK
$\delta\vartheta_{\text{Drift}}$	0,0000	°C	17,3	mK	Rechteck	1,0	17,3 mK
$\delta\vartheta_{\text{Stab}}$	0,0000	°C	5,8	mK	Rechteck	1,0	5,8 mK
$\delta\vartheta_{\text{Abl}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0,0 mK
$\delta\vartheta_{\text{TL}}$	0,0000	°C	5,8	mK	Rechteck	1,0	5,8 mK
ϑ	200,6091	°C	91,4	mK			

mit dem 1 mm-Pt100 zur Profilbestimmung. Sie lässt sich für die relative Messung durch Gl. (A.17) und für die absolute Messung durch Gl. (A.16) beschreiben.

$$\vartheta = \vartheta_{\text{Mess}} + \delta\vartheta_{\text{El,abs}} + \delta\vartheta_{\text{Kal}} + \delta\vartheta_{\text{Drift}} + \delta\vartheta_{\text{Stab}} + \delta\vartheta_{\text{Abl}} + \delta\vartheta_{\text{Erw}} \quad (\text{A.16})$$

$$\vartheta = \vartheta_{\text{Mess}} + \delta\vartheta_{\text{El,rel}} + \delta\vartheta_{\text{Kal}} + \delta\vartheta_{\text{Stab}} \quad (\text{A.17})$$

- ϑ_{Mess} - Gemessene Temperatur des Thermometers
- $\delta\vartheta_{\text{El,abs}}$ - Abweichung durch die elektrische Messung (absolut)
- $\delta\vartheta_{\text{El,rel}}$ - Abweichung durch die elektrische Messung (relativ)
- $\delta\vartheta_{\text{Kal}}$ - Abweichung durch die Kalibrierung der Kennlinie des Thermometers
- $\delta\vartheta_{\text{Drift}}$ - Abweichung durch die Drift der Sensorkennlinie seit der letzten Kalibrierung
- $\delta\vartheta_{\text{Stab}}$ - Abweichung durch die zeitliche Stabilität der Messbedingungen
- $\delta\vartheta_{\text{Abl}}$ - Abweichung durch die Wärmeableitung
- $\delta\vartheta_{\text{Erw}}$ - Abweichung durch die Eigenerwärmung des Messwiderstands

Elektrische Messung, $\delta\vartheta_{\text{El,abs}}$ und $\delta\vartheta_{\text{El,rel}}$: Die Abweichung durch die elektrische Messung wird mittels der Modellgleichung in Abschnitt A.3.1 berechnet.

Kalibrierung der Kennlinie des Thermometers, $\delta\vartheta_{\text{Kal}}$: Die kombinierte Standardsicherheit der Kennlinie kann nach der DakS-DKD-Richtlinie R5-6 [DAk10]

bestimmt werden. Es wurde festgestellt, dass für das Referenzthermometer die Abweichung auf Grund der Kennlinienapproximation kleiner 16 mK ist (Abb. A.22). Zusätzlich wird ein Beitrag der zur Kalibrierung verwendeten Referenztemperaturen berücksichtigt. Dieser wird anhand von Erfahrungswerten im IPMS mit (0 ± 4) mK abgeschätzt.

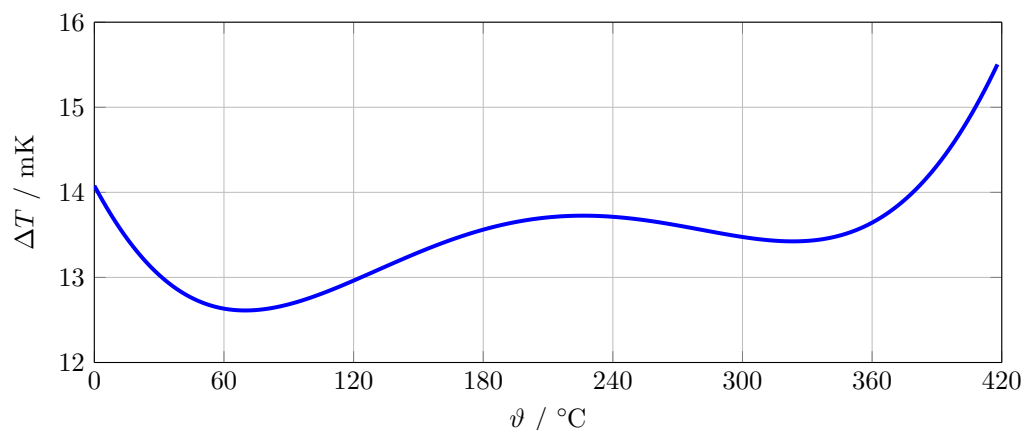


Abbildung A.22: Unsicherheit der Kennlinienapproximation des Referenzthermometers.

Drift der Sensorkennlinie, $\delta\vartheta_{\text{Drift}}$: Die Drift des Referenzthermometers konnte anhand einer erneuten Kalibrierung nach einem Jahr mit 200 mK a^{-1} abgeschätzt werden. Die Drift des kleinen Pt100 konnte mit 176 mK a^{-1} abgeschätzt werden.

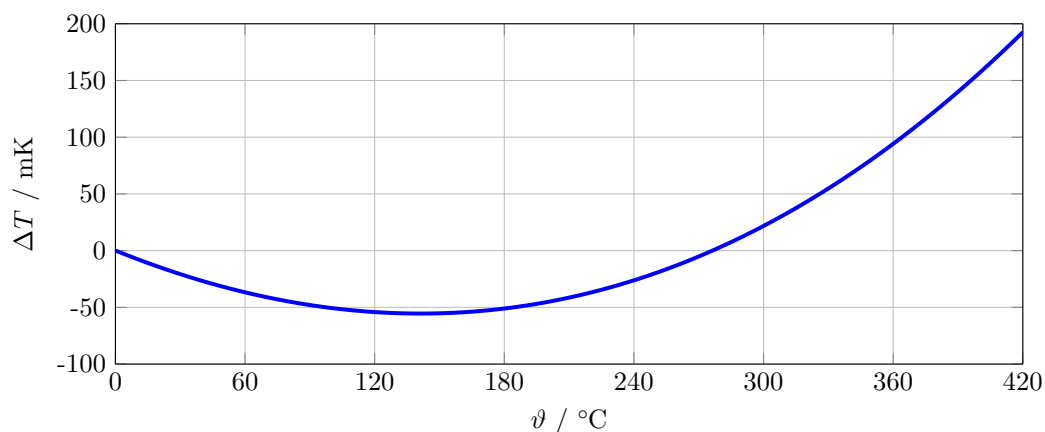


Abbildung A.23: Differenz zwischen der Kennlinie des Referenzthermometers zu Beginn der Messungen und nach einem Jahr im Einsatz.

Zeitliche Stabilität der Messbedingungen, $\delta\vartheta_{\text{Stab}}$: Die Abweichung auf Grund der zeitlichen Stabilität wird mit der Regelschwankung zu (0 ± 4) mK abgeschätzt.

Wärmeableitung, $\delta\vartheta_{\text{Abl}}$: Sowohl beim Referenzthermometer (Durchmesser 3 mm, Eintauchtiefe 110 mm) als auch dem zur externen Messung des Temperaturprofils verwendete Thermometer (Durchmesser 1 mm, Eintauchtiefe > 60 mm) ist das Verhältnis von Eintauchtiefe zu Durchmesser größer 15 und der Durchmesser kleiner 6 mm. Daher wird der Einfluss der Wärmeableitung als vernachlässigbar angenommen [DAk02].

Eigenerwärmung, $\delta\vartheta_{\text{Erw}}$: Für das Referenzthermometer wurde die Abweichung durch Eigenerwärmung durch Änderung des Messstromes und Extrapolation auf $I = 0$ A bei der Kalibrierung im Zink-Fixpunkt mit (0 ± 25) mK abgeschätzt. Im Zink-Fixpunkt sind vergleichbare Bedingungen wie im Blockkalibrator zu erwarten.

Tabelle A.8: Unsicherheitsbudget der absoluten Temperaturmessung mittels des Referenzthermometers bei 430 °C.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y/\partial x_i$	Beitrag
ϑ_{Mess}	429,9961	°C	182,9	mK	Normal	1,0	183 mK
$\delta\vartheta_{\text{Kal}}$	0,0000	°C	11,5	mK	Rechteck	1,0	12 mK
$\delta\vartheta_{\text{Drift}}$	0,0000	°C	115,5	mK	Rechteck	1,0	115 mK
$\delta\vartheta_{\text{Stab}}$	0,0000	°C	2,3	mK	Rechteck	1,0	2 mK
$\delta\vartheta_{\text{Abl}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
$\delta\vartheta_{\text{Erw}}$	0,0000	°C	14,4	mK	Rechteck	1,0	14 mK
ϑ_{Ref}	429,9961	°C	217,1	mK			

Tabelle A.9: Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels des Referenzthermometers bei 430 °C.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y/\partial x_i$	Beitrag
ϑ_{Mess}	429,9961	°C	22,9	mK	Normal	1,0	23 mK
$\delta\vartheta_{\text{Kal}}$	0,0000	°C	11,5	mK	Rechteck	1,0	12 mK
$\delta\vartheta_{\text{Drift}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
$\delta\vartheta_{\text{Stab}}$	0,0000	°C	2,3	mK	Rechteck	1,0	2 mK
$\delta\vartheta_{\text{Abl}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
$\delta\vartheta_{\text{Erw}}$	0,0000	°C	0,0	mK	Rechteck	1,0	0 mK
ϑ_{Ref}	429,9961	°C	25,7	mK			

Tabelle A.10: Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels des 1 mm-Pt100 bei 430 °C.

Größe	Schätzwert	Einheit	u	Einheit	Verteilung	$\partial y / \partial x_i$	Beitrag
ϑ_{Mess}	430,710 83	°C	0,25	mK	Normal	1,0	0,25 mK
$\delta\vartheta_{\text{Stab}}$	0,000 00	°C	2,31	mK	Rechteck	1,0	2,31 mK
$\delta\vartheta_{\text{Abl}}$	0,000 00	°C	0,00	mK	Rechteck	1,0	0,00 mK
$\delta\vartheta_{\text{Rep}}$	0,000 00	°C	5,77	mK	Rechteck	1,0	5,77 mK
$\vartheta_{\text{Profil}}$	430,710 83	°C	6,26	mK			

A.3.4 Unsicherheit der Kalibrierung der Wärmestromsensoren

Bei der Betrachtung der kombinierten Standardunsicherheit der Kalibrierung der Wärmestromsensoren sind die Unsicherheit der Temperaturmessung (Abschnitt A.3.3.1) und die Unsicherheit der Messung des WSS-Signals (Abschnitt A.3.2) zu berücksichtigen (Abschnitt 8.2). Die Bestimmung der Empfindlichkeitskoeffizienten der Oberflächentemperaturextrapolation ist im Folgenden dargestellt.

A.3.4.1 Empfindlichkeitskoeffizienten der Oberflächentemperaturextrapolation

$$\frac{\partial \vartheta_{\text{ex}}}{\partial a} = h^2 \quad (\text{A.18})$$

$$\frac{\partial \vartheta_{\text{ex}}}{\partial b} = h \quad (\text{A.19})$$

$$\frac{\partial \vartheta_{\text{ex}}}{\partial c} = 1 \quad (\text{A.20})$$

$$\frac{\partial \vartheta_{\text{ex}}}{\partial h} = \frac{1}{2} ah + b \quad (\text{A.21})$$

$$\frac{\partial c}{\partial \vartheta_1} = \frac{h_2 h_3}{(h_1 - h_2)(h_1 - h_3)} \quad (\text{A.22})$$

$$\frac{\partial c}{\partial \vartheta_2} = \frac{h_1 h_3}{(h_2 - h_1)(h_2 - h_3)} \quad (\text{A.23})$$

$$\frac{\partial c}{\partial \vartheta_3} = \frac{h_1 h_2}{(h_3 - h_1)(h_3 - h_2)} \quad (\text{A.24})$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial c}{\partial h_1} = & \frac{-(2h_1 - h_2 - h_3) h_2 h_3 \vartheta_1}{(h_1 - h_2)^2 (h_1 - h_3)^2} \\
& + \frac{[(h_2 - h_1) (h_2 - h_3) h_3 - (h_3 - h_2) h_1 h_3] \vartheta_2}{(h_2 - h_1)^2 (h_2 - h_3)^2} \\
& + \frac{[(h_3 - h_1) (h_3 - h_2) h_2 - (h_2 - h_3) h_1 h_2] \vartheta_3}{(h_3 - h_1)^2 (h_3 - h_2)^2}
\end{aligned} \tag{A.25}$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial c}{\partial h_2} = & \frac{[(h_1 - h_2) (h_1 - h_3) h_3 - (h_3 - h_1) h_2 h_3] \vartheta_1}{(h_1 - h_2)^2 (h_1 - h_3)^2} \\
& + \frac{-(2h_2 - h_1 - h_3) h_1 h_3 \vartheta_2}{(h_2 - h_1)^2 (h_2 - h_3)^2} \\
& + \frac{[(h_3 - h_1) (h_3 - h_2) h_1 - (h_1 - h_3) h_1 h_2] \vartheta_3}{(h_3 - h_1)^2 (h_3 - h_2)^2}
\end{aligned} \tag{A.26}$$

$$\begin{aligned}
\frac{\partial c}{\partial h_3} = & \frac{[(h_1 - h_2) (h_1 - h_3) h_2 - (h_2 - h_1) h_2 h_3] \vartheta_1}{(h_1 - h_2)^2 (h_1 - h_3)^2} \\
& + \frac{[(h_2 - h_1) (h_2 - h_3) h_1 - (h_1 - h_2) h_1 h_3] \vartheta_2}{(h_2 - h_1)^2 (h_2 - h_3)^2} \\
& + \frac{-(2h_3 - h_2 - h_1) h_1 h_2 \vartheta_3}{(h_3 - h_1)^2 (h_3 - h_2)^2}
\end{aligned} \tag{A.27}$$

A.4 Firmenadressen

Tabelle A.11: Adressen der an Entwicklung und Fertigung beteiligten Firmen.

Name	Adresse
HTM	HTM Reetz GmbH Köpenicker Straße 325 Haus 131 12555 Berlin www.htm-reetz.de
electrotherm	electrotherm Gesellschaft für Sensorik und thermische Meßtechnik mbH Gewerbepark 6 98716 Geraberg www.electrotherm.de
IFW	Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung GmbH Otto-Schott-Straße 13 07745 Jena www.ifw-jena.de
WFM	Werkzeugbau und Feinwerktechnik Meiningen GmbH An der Winde 4 98617 Meiningen - Dreißigacker www.wfm-werkzeugbau.de

Abbildungsverzeichnis

1.1	Beispiel eines am Institut für Prozessmess- und Sensortechnik vorhandenen Blockkalibrators.	2
2.1	Schema des Wärmetransportes durch Konvektion.	7
2.2	Schema des Wärmetransportes durch Strahlung.	8
2.3	Schema des Wärmetransportes durch Wärmeleitung.	9
2.4	Spezifische Enthalpie \hat{H} von Zinn als Funktion der Temperatur. . . .	13
2.5	Exemplarischer gemessener Verlauf eines Schmelzplateaus und eines Erstarrungsplateaus des Zinn-Fixpunktes in einer Mehrfachfixpunktzelle.	14
3.1	Kalibrierhierarchie.	15
3.2	Badthermostat nach dem Überlaufprinzip, Rohrofen mit Wärmerohr und Blockkalibrator.	18
3.3	Schema eines Blockkalibrators mit mehreren Heizzonen und Temperatursensoren zur Kompensation der axialen Wärmeableitung.	19
3.4	Messaufbau zur Bestimmung des Temperaturprofils in der Bohrung mit Durchmesser 8 mm des Ausgleichsblockes mittels Pt100.	20
3.5	Auf den jeweiligen Messwert bei $h = 0$ mm bezogenes Temperaturprofil in der 8 mm-Bohrung eines kommerziell erhältlichen Blockkalibrators.	21
3.6	Temperaturprofil 8 mm-Bohrung eines kommerziell erhältlichen Blockkalibrators als Funktion der Solltemperatur	22
4.1	Schema des mechanischen Aufbaus des Blockkalibrators.	27
4.2	Experimentalaufbau des Blockkalibrators.	28
4.3	Zusammenhang zwischen kartesischen Koordinaten und Zylinderkoordinaten im Ausgleichsblock.	30
4.4	Schema der Ansteuerung.	32
5.1	WSS mit Thermokette.	36
5.2	Schema des Aufbaus der WSS mit Thermokette.	37

5.3	Elektrothermisches Modell des WSS mit Thermokette.	38
5.4	Schema der Herstellung des Schichtaufbaus aus CuNi-NiCr Multilagen.	40
5.5	WSS aus CuNi-NiCr Multilagen.	41
5.6	WSS mit Metall-Multilagen.	41
5.7	Ablauf der Transformation des Tensors.	43
5.8	Schema des mechanischen Aufbaus zur Kalibrierung der WSS.	47
5.9	Temperaturverteilung über die Höhe h in den Prüfkörpern und daraus extrapolierte Oberflächentemperaturen während der Kalibrierung.	48
5.10	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem mittleren WSS.	50
5.11	Elektrothermisches Modell des WSS mit Metall-Multilagen.	52
5.12	Schema des elektrischen Anschlusses bei der Messung der Kurzschluss- spannungen für einen WSS-Kanal.	54
5.13	Bei nach Abb. 5.12 kurzgeschlossenen Messleitungen gemessene para- sitäre Thermospannung der drei WSS-Kanäle.	55
5.14	Schema der Einbausituation des oberen WSS.	56
5.15	Korrekturwerte der durch parasitäre Wärmeströme verursachten Tem- peraturabweichungen.	58
6.1	Position der in Modell und Regler verwendeten Eingangs- und Aus- gangsgrößen im Blockkalibrator.	61
6.2	Elektrothermisches Modell der Regelstrecke zur Bestimmung der Mo- dellstruktur.	62
6.3	Gemessene Sprungantworten des mittleren WSS und der Referenz- temperatur bei einem Leistungssprung von $\Delta P_M \approx 5 \text{ W}$	64
6.4	Gemessene Sprungantwort und mit gleicher Anregung simulierte Sprungantwort und Differenz zwischen gemessener und simulierter Sprungantwort der Strecke $P_M \rightarrow \vartheta_M$	64
6.5	Struktur der dezentralen Regelung.	67
6.6	Struktur des inneren Reglers.	68
6.7	Simulierte Sprungantworten der geregelten Temperaturen des Aus- gleichsblockes, ϑ_O , ϑ_M , ϑ_{Ref} und ϑ_{Bi} , bei Aufschaltung eines Sollwert- Sprunges (Einheitssprung).	69
6.8	Struktur des Schildreglers.	70

6.9	Simulierte Sprungantworten der geregelten Temperaturen des Schildes, ϑ_A und ϑ_{Da} , bei Aufschaltung eines Sollwert-Sprunges (Einheitssprung).	70
6.10	Simulierte Sprungantworten und Leistungen für einen Sollwert-Sprung von 10 K der geregelten Temperatur der äußeren Heizzone.	71
6.11	Pol-Nullstellen-Plan für die offenen Ketten.	72
6.12	Ortskurven für die offenen Ketten.	73
7.1	Aufheizvorgang mit einer Sollwert-Rampe der Steigung 3 K min^{-1} bis 200 °C	75
7.2	Zeitlicher Ausschnitt des Temperaturverlaufes im eingeschwungenen Zustand nach dem Aufheizvorgang bis 200 °C	75
7.3	Aufheizvorgang mit einer Sollwert-Rampe der Steigung 3 K min^{-1} bis 430 °C	76
7.4	Zeitlicher Ausschnitt des Temperaturverlaufes im eingeschwungenen Zustand nach dem Aufheizvorgang bis 430 °C	77
7.5	Messung des Temperaturprofils in der Prüflingsaufnahme des Blockkalibrators.	78
7.6	Aufbau der MFPZ mit Fixpunktmaterialien und Ausgleichsvolumina. Ausschnitt aus Abb. 4.1 auf S. 27.	78
7.7	Auf den Messwert bei $h = 0\text{ mm}$ bezogenes Temperaturprofil im Blockkalibrator im Temperaturbereich 70 °C bis 430 °C	79
7.8	Exemplarisches gemessenes Schmelzplateau des Sn-Fixpunktes in der MFPZ.	81
7.9	Mit den gezeigten Methoden ermittelte Fixpunkttemperaturen des In-Fixpunktes, des Sn-Fixpunktes und des Zn-Fixpunktes.	82
7.10	Blockschaltbild der Fixpunktdetektion mittels Kalman-Filter.	84
7.11	Referenztemperatur ϑ_{Ref} und Residuum κ während der Phasenumwandlung von Zinn in der MFPZ.	85
8.1	Reproduzierbarkeit des Temperaturprofils bei 220 °C	92
8.2	Auf den Messwert bei $h = 0\text{ mm}$ bezogenes Temperaturprofil im Blockkalibrator im Temperaturbereich 70 °C bis 430 °C mit Unsicherheitsband.	94
A.1	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS_O bei $\vartheta = 50\text{ °C}$.	102

A.2	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _O bei $\vartheta = 100^\circ\text{C}$.	103
A.3	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _O bei $\vartheta = 150^\circ\text{C}$.	103
A.4	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _O bei $\vartheta = 200^\circ\text{C}$.	104
A.5	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _M bei $\vartheta = 50^\circ\text{C}$.	104
A.6	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _M bei $\vartheta = 100^\circ\text{C}$.	105
A.7	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _M bei $\vartheta = 150^\circ\text{C}$.	105
A.8	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _M bei $\vartheta = 200^\circ\text{C}$.	106
A.9	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _U bei $\vartheta = 50^\circ\text{C}$.	106
A.10	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _U bei $\vartheta = 100^\circ\text{C}$.	107
A.11	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _U bei $\vartheta = 150^\circ\text{C}$.	107
A.12	Gemessene Signale U_m und gefittete Ausgleichsgerade $U_f(\Delta T)$ der Temperaturdifferenz über dem Wärmestromsensor WSS _U bei $\vartheta = 200^\circ\text{C}$.	108
A.13	Sprungantwort Außen.	110
A.14	Sprungantwort Deckel außen.	110
A.15	Sprungantwort Deckel innen.	111
A.16	Sprungantwort Oben.	111
A.17	Sprungantwort Unten	111
A.18	Sprungantwort Boden innen	112
A.19	Sprungantwort Boden außen	112
A.20	Kurzschlussmessung am Kanal 4 des DT9874.	118
A.21	Kurzschlussmessung Spannungskanal mit 10 V Messbereich des DT9874.	120
A.22	Unsicherheit der Kennlinienapproximation des Referenzthermometers.	124
A.23	Differenz zwischen der Kennlinie des Referenzthermometers zu Beginn der Messungen und nach einem Jahr im Einsatz.	124

Tabellenverzeichnis

2.1	Definierende Fixpunkte der ITS-90 im Temperaturbereich von 0 °C bis 420 °C	5
2.2	Typische Werte des Wärmeübergangskoeffizienten α	8
3.1	Bewertungsmaßstäbe der einzelnen Kriterien.	23
3.2	Exemplarischer Vergleich der Eigenschaften der Gerätegattungen Badthermostat, Rohrofen und Blockkalibrator.	24
5.1	Wärmeleitfähigkeit λ mit zugehöriger Standardunsicherheit der Komponenten der WSS mit Thermokette.	38
5.2	Materialeigenschaften von NiCr und CuNi mit zugehöriger Standardunsicherheit.	42
5.3	Materialeigenschaften senkrecht und parallel zur Schichtung.	43
5.4	Vergleich der Soll- und Ist-Eigenschaften der Wärmestromsensoren.	46
5.5	Ermittelter Offset der drei WSS für verschiedene Temperaturen.	50
5.6	Ermittelte Empfindlichkeit der drei WSS für verschiedene Temperaturen.	51
5.7	Temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit der Luft bei 1×10^5 Pa	53
5.8	Aus der Modellbetrachtung ermittelte Dicken der den Kontaktwiderstände äquivalenten Luftspalte.	53
5.9	Korrekturwerte der Thermospannung.	55
6.1	Zuordnung der Ein- und Ausgangsgrößen der Übertragungsfunktionen.	63
7.1	Reproduzierbarkeit der ermittelten Fixpunkttemperaturen.	83
7.2	Reproduzierbarkeit von ϑ_{WPA} bei der automatischen Fixpunktdetektion. Als Maß dient die 2-fache Standardabweichung der Stichprobe in mK.	85
8.1	Unsicherheitsbudget der Bestimmung der Oberflächentemperatur.	89
8.2	Unsicherheitsbudget der Messung des WSS-Signals.	90

8.3	Unsicherheitsbudget der Nulldetektion der WSS-Sensoren.	93
8.4	Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels des 1 mm-Pt100 bei 430 °C.	93
8.5	Unsicherheitsbudget der absoluten Widerstandsmessung mittels Agi- lent 34970A unmittelbar nach Kalibrierung.	95
8.6	Unsicherheitsbudget der absoluten Temperaturmessung mittels Refe- renzthermometer bei 430 °C unmittelbar nach Kalibrierung.	96
8.7	Abschätzung der erreichbaren kombinierten Standardunsicherheit in der In-situ-Kalibrierung des Referenzthermometers mittels der MFPZ.	96
8.8	Unsicherheitsbudget des in-situ-kalibrierten Referenzthermometers bei 430 °C.	97
9.1	Exemplarischer Vergleich der Eigenschaften der Gerätegattungen Bad- thermostat (BT), Rohrofen (RO), Blockkalibrator (BK) und neu entwickelter Blockkalibrator (BK neu).	100
A.1	Unsicherheitsbudget der absoluten Widerstandsmessung mit dem Di- gitalmultimeter 34970A.	115
A.2	Unsicherheitsbudget der relativen Widerstandsmessung mit dem Digi- talmultimeter 34970A.	115
A.3	Unsicherheitsbudget der relativen Widerstandsmessung mit dem Digi- talmultimeter Isotech milliK.	116
A.4	Unsicherheitsbudget der relativen Spannungsmessung der WSS-Signale mit dem Digitalmultimeter 34970A im eingeschwungenen Zustand bei Raumtemperatur.	117
A.5	Unsicherheitsbudget der relativen Spannungsmessung mit dem Digi- talmultimeter DT9874 bei 200 °C für das Thermoelement an Kanal 4.	119
A.6	Unsicherheitsbudget der relativen Spannungsmessung der WSS-Signale mit dem Digitalmultimeter DT9874.	121
A.7	Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels Ther- moelement an Kanal 4 des DT9874 bei 200 °C.	123
A.8	Unsicherheitsbudget der absoluten Temperaturmessung mittels des Referenzthermometers bei 430 °C.	125

A.9 Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels des Referenzthermometers bei 430 °C.	125
A.10 Unsicherheitsbudget der relativen Temperaturmessung mittels des 1 mm-Pt100 bei 430 °C.	126
A.11 Adressen der an Entwicklung und Fertigung beteiligten Firmen. . . .	129

Symbolverzeichnis

Symbol	Einheit	Erläuterung
a	K m^{-2}	Koeffizient des quadratischen Terms
a	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	Temperaturleitfähigkeit
a_{ij}	untersch.	Koeffizient der Koeffizientenmatrix des linearen Gleichungssystems
A	m^2	Fläche
A	$^{\circ}\text{C}^{-1}$	Kennlinienkoeffizient Pt100
\mathbf{A}	s^{-1}	Systemmatrix
α	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	Wärmeübergangskoeffizient
b	m	Breite
b	K m^{-1}	Koeffizient des linearen Terms
B	$^{\circ}\text{C}^{-2}$	Kennlinienkoeffizient Pt100
\mathbf{B}	K J^{-1}	Eingangsmatrix
β	$^{\circ}$	Kippwinkel der Schichtung der Metall-Multilagen
c	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	Spezifische Wärmekapazität
c	K	Absolutes Glied
$c(x_i)$	K	Sensitivitätskoeffizient von x_i
C	F	Elektrische Kapazität
\mathbf{C}	1	Ausgangsmatrix
\vec{e}	1	Einheitsvektor
E	V m^{-1}	Elektrische Feldstärke
\vec{E}	V m^{-1}	Vektor der elektrischen Feldstärke
ε_{S}	1	Emissionsgrad des Strahlers
ε_{U}	1	Emissionsgrad der Umgebung
η	m	Ortskoordinate

f	1	Anzahl der Freiheitsgrade eines Systems
G_{OPV}	1	Verstärkung des OPV
$G_{\text{I}}(s)$	W K^{-1}	Übertragungsfunktion des I-Reglers
$G_{\text{PID}}(s)$	W K^{-1}	Übertragungsfunktion des PID-Reglers
γ	$\Omega^{-1} \text{m}^{-1}$	Spezifische elektrische Leitfähigkeit
$\boldsymbol{\gamma}$	$\Omega^{-1} \text{m}^{-1}$	Tensor der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit
h	m	Höhe
H	J	Enthalpie
\hat{H}	J kg^{-1}	Spezifische Enthalpie
\hat{H}_{L}	J kg^{-1}	Spezifische Latente Wärme
ΔH	J	Enthalpieänderung
i	1	Laufvariable
I	A	Elektrischer Strom
j	1	Laufvariable
k	1	Index des Abtastschrittes
k	1	Erweiterungsfaktor
K	K W^{-1}	Verstärkungsfaktor
K_{P}	W K^{-1}	Proportionalverstärkung
K_{I}	W K^{-1}	Integralverstärkung
K_{D}	W K^{-1}	Differentialverstärkung
\mathbf{K}_{S}	K W^{-1}	Statikmatrix
κ	K	Residuum
λ	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	Wärmeleitfähigkeit
λ_{\parallel}	V K^{-1}	Wärmeleitfähigkeit parallel zur Schichtung
λ_{\perp}	V K^{-1}	Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Schichtung
$\boldsymbol{\lambda}$	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	Tensor der Wärmeleitfähigkeit
m	kg	Masse
n	1	Anzahl
N	1	Anzahl der Komponenten eines Systems

ν	1	Schichtdickenverhältnis
\mathcal{O}	-	Landau-Symbol
ω	untersch.	Messwert
p	Pa	Druck
P	W	Heizleistung, innere Wärmeproduktion
P_{el}	W	Elektrische Leistung
P_{A}	W	Heizleistung der äußeren Heizzone
P_{Da}	W	Heizleistung der äußeren Heizzone am Deckel
P_{Di}	W	Heizleistung der inneren Heizzone am Deckel
P_{O}	W	Heizleistung der oberen Heizzone
P_{M}	W	Heizleistung der mittleren Heizzone
P_{U}	W	Heizleistung der unteren Heizzone
P_{Bi}	W	Heizleistung der inneren Heizzone am Boden
P_{Ba}	W	Heizleistung der äußeren Heizzone am Boden
ΔP	W	Leistungssprung
Φ	1	Anzahl der Phasen eines Systems
φ	rad	Polarwinkel
Ψ	untersch.	Messbereich
Ψ	1	Transformationsmatrix
\dot{q}	W m^{-2}	Wärmestromdichte
\vec{q}	W m^{-2}	Vektorfeld der Wärmestromdichte
\dot{q}_{K}	W m^{-2}	Durch Konvektion übertragene Wärmestromdichte
\vec{q}_{L}	W m^{-2}	Vektorfeld der durch Wärmeleitung übertragenen Wärmestromdichte
\dot{q}_{S}	W m^{-2}	Durch Strahlung übertragene Wärmestromdichte
Q	J	Wärmemenge
\dot{Q}	W	Wärmestrom
r	m	Radius
R_0	Ω	Elektrischer Widerstand eines Pt100 bei 0 °C
$R(\vartheta)$	Ω	Temperaturabhängiger elektrischer Widerstand
R_{A}	K W^{-1}	Thermischer Widerstand der Deckschicht des WSS
R_{D}	K W^{-1}	Thermischer Widerstand des TE-Drahtes

R_F	$K W^{-1}$	Thermischer Widerstand der Füllung des WSS
R_G	Ω	Elektrischer Widerstand zur Einstellung von G_{OPV}
R_K	$K W^{-1}$	Thermischer Kontaktwiderstand
R_{Ker}	$K W^{-1}$	Thermischer Widerstand der Keramikschicht des WSS
R_{Mess}	Ω	Gemessener elektrischer Widerstand
R_{Pt100}	Ω	Elektrischer Widerstand des Pt100
R_{th}	$K W^{-1}$	Thermischer Widerstand
R_{WSS}	$K W^{-1}$	Thermischer Widerstand des WSS
δR_{Aufl}	Ω	Abweichung durch die endliche Auflösung des Messgerätes
δR_{Drift}	Ω	Abweichung durch die Drift des Messgerätes
δR_{Kal}	Ω	Abweichung durch die Kalibrierung des Messgerätes
δR_T	Ω	Abweichung durch den Einfluss der Umgebungstemperatur
δR_{TE}	Ω	Abweichung durch nicht kompensierte Thermospannungen
ϱ	$kg m^{-3}$	Dichte
ρ	m	Radialkoordinate
s	untersch.	Standardabweichung des Mittelwertes
S	$V K^{-1}$	Empfindlichkeit des Wärmestromsensors
S_K	$V K^{-1}$	Empfindlichkeit des Wärmestromsensors mit Kontaktwiderstand
S_{TE}	$V K^{-1}$	Empfindlichkeit eines Thermoelementes
σ	$V K^{-1}$	Absoluter Seebeck-Koeffizient
$\sigma_{ }$	$V K^{-1}$	Absoluter Seebeck-Koeffizient parallel zur Schichtung
σ_{\perp}	$V K^{-1}$	Absoluter Seebeck-Koeffizient senkrecht zur Schichtung
$\boldsymbol{\sigma}$	$V K^{-1}$	Tensor des absoluten Seebeck-Koeffizienten
t	s	Zeit
T	K	Temperatur in K
T_{90}	K	ITS-90-Temperatur in K

T_{FP}	K	Fixpunkttemperatur
T_{F}	K	Fluidtemperatur
T_{M}	K	Temperatur im mittleren Teil des Ausgleichsblockes
T_{o}	K	Oberflächentemperatur des oberen Prüfkörpers
T_{O}	K	Oberflächentemperatur
T_{u}	K	Oberflächentemperatur des unteren Prüfkörpers
T_{U}	K	Umgebungstemperatur
T_{S}	K	Strahlertemperatur
T_{Soll}	K	Sollwert der Temperatur
Δt	s	Abtastzeit
ΔT	K	Temperaturdifferenz
$\Delta T_{\text{M}}(\vartheta)$	K	Korrekturfunktion des Signals von WSS _M
$\Delta T_{\text{O}}(\vartheta)$	K	Korrekturfunktion des Signals von WSS _O
$\Delta T_{\text{WSS}}(\vartheta)$	K	Temperaturdifferenz über dem WSS
∇T	K m ⁻¹	Gradient des Temperaturfeldes
δT	K	Temperaturabweichung
δT_{FP}	K	Temperaturabweichung der Fixpunkttemperatur
τ	m	Ortskoordinate
τ_{D}	s ⁻¹	Zeitkonstante des Differentialgliedes
τ_i	s ⁻¹	Verzögerungszeitkonstante
τ_{V}	s ⁻¹	Vorhaltezeitkonstante
ϑ	°C	Temperatur in °C
$\vartheta(\infty)$	°C	Statischer Endwert der Sprungantwort
ϑ_{90}	°C	ITS-90-Temperatur in °C
ϑ_{A}	°C	Temperatur der äußeren Heizzone
ϑ_{Ba}	°C	Temperatur der äußeren Heizzone am Boden
ϑ_{Bi}	°C	Temperatur der inneren Heizzone am Boden
ϑ_{Da}	°C	Temperatur der äußeren Heizzone am Deckel
ϑ_{Di}	°C	Temperatur der inneren Heizzone am Deckel
ϑ_{ex}	°C	Extrapolierte Oberflächentemperatur
ϑ_{ExA}	°C	Extrapolierte Anfangstemperatur des Plateaus
ϑ_{Exe}	°C	Extrapolierte Endtemperatur des Plateaus
ϑ_{FP}	°C	Fixpunkttemperatur

ϑ_H	$^{\circ}\text{C}$	Im Plateau am häufigsten auftretender Temperaturwert
ϑ_{Mess}	$^{\circ}\text{C}$	Gemessene Temperatur
ϑ_{Ref}	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur des Referenzthermometers
ϑ_S	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur am Punkt der geringsten Steigung des Plateaus
ϑ_{Soll}	$^{\circ}\text{C}$	Sollwert der Temperatur
ϑ_{WP}	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur am Wendepunkt des Plateaus
ϑ_{WPA}	$^{\circ}\text{C}$	Automatisch detektierte Temperatur am Wendepunkt des Plateaus
Θ	K	Thermodynamische Temperatur
Θ_{WTP}	K	Thermodynamische Temperatur des Wassertripelpunktes
$\delta\vartheta_{\text{Abl}}$	$^{\circ}\text{C}$	Abweichung durch die Wärmeableitung
$\delta\vartheta_{\text{Drift}}$	$^{\circ}\text{C}$	Abweichung durch die Drift der Sensorkennlinie
$\delta\vartheta_{\text{Erw}}$	$^{\circ}\text{C}$	Abweichung durch Eigenerwärmung
$\delta\vartheta_{\text{Kal}}$	$^{\circ}\text{C}$	Abweichung durch die Kalibrierung der Kennlinie des Thermometers
$\delta\vartheta_{\text{Stab}}$	$^{\circ}\text{C}$	Abweichung durch die zeitliche Stabilität der Messbedingungen
$\delta\vartheta_{\text{Rep}}$	$^{\circ}\text{C}$	Abweichung durch die Reproduzierbarkeit der Messbedingungen
$u(Var)$	[Var]	Unsicherheit der Variable <i>Var</i>
U	V	Spannung, Signal
U_{Dig}	V	Signal des Digitalausgangs
U_f	V	Ausgleichsgerade der gemessenen Signale
U_{Heiz}	V	Spannung des Primärschaltreglers
U_{Mess}	V	Gemessene Spannung
U_{OPV}	V	Signal des Messverstärkers
U_{ss}	V	Spitze-Spitze-Wert der Spannung
U_{Steuer}	V	Steuerspannung
U_{TE}	V	Signal des Thermoelementes
U_{WSS}	V	Signal des Wärmestromsensors

δU_{Auf}	V	Abweichung durch die endliche Auflösung des Messgerätes
δU_{Kal}	V	Abweichung durch die Kalibrierung des Messgerätes
ΔU	J	Änderung der inneren Energie
ΔV	m ³	Volumenänderung
x	m	Ortskoordinate
\vec{x}	m	Ortsvektor
\vec{x}	K	Zustandsvektor
x_i	K	Abszissenwert des Messwerts
ξ	m	Ortskoordinate
y	m	Ortskoordinate
\vec{y}	K	Ausgangsvektor
y_i	V	Ordinatenwert des Messwerts
z	m	Ortskoordinate
z^{-1}	1	Verschiebungsoperator

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid-Keramik
BK	B lock k alibrator
BT	B ad t hermostat
CuNi	Kupfer-Nickel-Legierung (Konstantan)
Cs	Cäsium
DAkkS	D eutsche A kkreditierungsstelle
E-Feld	Elektrisches Feld
EP	E rstarrung p unkt
FEM	F inite- E lemente- M ethode
FP	F ixpunkt
GPIB	G eneral P urpose I nterface B us (IEEE-488)
GUM	G uide to the expression of u ncertainty in m easurement
Hg	Quecksilber
In	Indium
ITS-90	I nternationale T emperaturskala von 1990
MFPZ	M ehrfach f ixpunkt z elle
MIMO	M ultiple I nput M ultiple O utput
Na	Natrium
NiCr	Nickel-Chrom-Legierung (Chromel)
OPV	O perations v erstärker

PID-Regler	P roportional- I ntegral- D ifferential-Regler
Pt100	Platin-Widerstandsthermometer mit $R_0 = 100\ \Omega$
PTB	P hysikalisch- T echnische B undesanstalt
RO	R ohr o fen
RS485	Serieller Bus 485
SI	S ystème i nternational d'unités
SiO ₂	Siliziumoxid-Keramik
SISO	S ingle I nput S ingle O utput
Sn	Zinn
SP	S chmelz p unkt
SPRT	S tandard P latinum R esistance T hermometer
TE	T hermo e lement
USB	U niversal S erial B us
WR	W ärmer o hr
WSS	W ärmestromsensor
WTP	W asser t ripel p unkt
Zn	Zink

Literatur

- [Ada14] Adamy, J.: *Nichtlineare Systeme und Regelungen*. Berlin u.a.: Springer Vieweg, 2014.
- [Adm15] Admost: *EX9021/22/24 User Manual Rev:A.2*. 2015. URL: https://www.admost.de/media/downloads/ex-9021_ex-9022_ex-9024.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [Agi11] Agilent: *Agilent 34970A Messdatenerfassungs- / Schalt-System*. 2011. URL: <http://literature.cdn.keysight.com/litweb/pdf/5965-5290DEE.pdf?id=1000031228:epsg:dow>. Stand: 30.05.2016.
- [Bae05] Baehr, H. D.: *Thermodynamik*. Berlin Heidelberg: Springer, 2005.
- [Bae08] Baehr, H. D. und Stephan, K.: *Wärme- und Stoffübertragung*. Berlin: Springer, 2008.
- [Bal11] Ballico, M. und Freund, C.: „A Cryostat for Automated mK-Level Thermometer Calibrations from -202°C to 250°C “. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 32, Nr. 11-12 (2011), S. 2360–2369.
- [Bar89] Barin, I. und Sauer, F.: *Thermochemical data of pure substances*. Weinheim: VCH, 1989.
- [Ben98] Bentley, R. E.: *Theory and Practice of Thermoelectric Thermometry*. Handbook of Temperature Measurement Volume 3. Singapore u.a.: Springer, 1998.
- [Ber14] Bernhard, F. (Hrsg.): *Handbuch der Technischen Temperaturmessung*. Berlin: Springer, 2014.
- [Ber98] Bernhard, F. et al.: „DKD-Kalibrierung von Tastfühlern für Oberflächen-Temperaturmessungen“. In: *Temperatur '98*. VDI-Verlag, 1998.
- [Bog02] Boguhn, D.: *Miniatur-Fixpunktzellen als Basis selbstkalibrierender elektrischer Berührungsthermometer*. Dissertation. Technische Universität Ilmenau, 2002.

- [Bog01] Boguhn, D., Augustin, S. und Bernhard, F.: „Phase transformations of technically pure metals and two-component alloys in miniature fixed-point crucibles“. In: *High Temperatures - High Pressures* Bd. 33, Nr. 4 (2001), S. 419–426.
- [Bro08] Bronstein, I. N. et al.: *Taschenbuch der Mathematik*. Frankfurt am Main: Verlag Harri Deutsch, 2008.
- [Cap05] Captec Enterprise: *Heat Flux Sensors*. Captec Enterprise, 2005. URL: <http://www.captecenterprise.com/prod01.htm>. Stand: 30.05.2016.
- [Car02] Carbolite: *Laboröfen, Trocken- und Brutschränke*. 2002. URL: <http://h681906737k719.catalogus.de/pdf/195/rohroefen.pdf>. Stand: 30.05.2016.
- [Car08] Cardarelli, F.: *Materials Handbook: A Concise Desktop Reference*. London: Springer, 2008.
- [Chi99] Childs, P. R. N., Greenwood, J. R. und Long, C. A.: „Heat flux measurement techniques“. In: *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part C - Mechanical Engineering Science* Bd. 213, Nr. 7 (1999), S. 655–677.
- [DAk02] DAkkS Deutsche Akkreditierungsstelle: *Richtlinie DAkkS-DKD-R 5-4: Kalibrierung von Temperatur-Blockkalibratoren*. 2002.
- [DAk10] DAkkS Deutsche Akkreditierungsstelle: *Richtlinie DAkkS-DKD-R 5-6: Bestimmung von Thermometerkennlinien*. 2010.
- [DAk16] DAkkS Deutsche Akkreditierungsstelle: *Akkreditierte Stellen*. 2016. URL: <http://www.dakks.de/content/akkreditierte-stellen-dakks>. Stand: 30.05.2016.
- [Dat14] Data Translation: *DT 9874 MEASURpoint USB*. 2014. URL: <https://datatranslation.box.com/shared/static/ac5ab4fab8559137d273.pdf>. Stand: 30.05.2016.
- [Dav97] Davis, J. R.: *Heat-resistant materials*. ASM specialty handbook. Materials Park und Ohio: ASM International, 1997.
- [Deu05] Deutsches Kupferinstitut: *CuCr1Zr - CW106C (2.1293)*. 2005.

- [DIN95] DIN Deutsches Institut für Normung: *DIN 1319-1 - Grundlagen der Messtechnik - Teil 1: Grundbegriffe*. 1995.
- [DIN09] DIN Deutsches Institut für Normung: *DIN EN 60751 - Industrielle Platin-Widerstandsthermometer und Platin-Temperatursensoren*. 2009.
- [DIN13] DIN Deutsches Institut für Normung: *DIN EN 60584-1 - Thermoelemente Teil 1: Thermospannungen und Grenzabweichungen*. 2013.
- [DrD14] Dr. Dietrich Müller GmbH: *Thermigrease TG 20033*. 2014. URL: http://www.mueller-ahlhorn.com/fileadmin/Downloads/PDF/PDFDateien/TG_20033_de.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [dyn15] dynardo: *Produktbeschreibung optiSLang*. 2015. URL: <http://www.dynardo.de/software/optislang/optislang-for-ansys.html>. Stand: 30.05.2016.
- [Edl14] Edler, F. und Ederer, P.: „Multiple Fixed-Point Cell“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 35, Nr. 6 (2014), S. 1180–1189.
- [Edl11] Edler, F. und Zheng, W.: „Investigation of differently designed Pd-C eutectic fixed-point cells for the calibration of thermocouples“. In: *Metrologia* Bd. 48, Nr. 5 (2011), S. 275–282.
- [EKO15] EKO Instruments: *Heat Flux Sensors*. 2015. URL: <http://eko-eu.com/products/heat-flux-sensors-and-thermal-conductivity-testers/heat-flux-sensors>. Stand: 30.05.2016.
- [Fag95] Faghri, A.: *Heat Pipe Science and Technology*. Washington: Taylor & Francis, 1995.
- [Fis04] Fischer, K. et al.: „Anisotropic thermopower in tilted metallic multilayer structures“. In: *Applied Physics A: Materials Science & Processing* Bd. 78, Nr. 3 (2004), S. 323–326.
- [Flu05] Fluke Corporation: *917X Series Metrology Well Technical Guide*. 2005. URL: http://assets.fluke.com/manuals/917X____tgeng0100.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [Flu07] Fluke Corporation: *Field Metrology Wells*. 2007. URL: <http://fluke.informationstore.net/efulfillment.asp?publication=11272%22=ger>. Stand: 30.05.2016.

- [Flu08] Fluke Corporation: *Temperature Calibration Equipment and Service*. 2008.
- [Flu13] Fluke Corporation: *6330 Calibration Bath User's Guide*. 2013. URL: http://download.flukecal.com/secure/6330__Rebrand__ugeng0000.pdf?nvb=20160315113038&nva=20160315114538&token=09137a685d9a8f9312aa7. Stand: 30.05.2016.
- [Föl13] Föllinger, O. und Konigorski, U.: *Regelungstechnik: Einführung in die Methoden und ihre Anwendung*. Berlin u.a.: VDE-Verlag, 2013.
- [Fri14] Friedrichs, R., Villacrés, G. und Weiß, E. C.: „Tragbarer Temperaturkalibrator mit sub-Millikelvin-Regelstabilität“. In: *Sensoren und Messsysteme 2014 - Beiträge der 17. ITG/GMA Fachtagung*. Berlin Offenbach: VDE Verlag GmbH, 2014.
- [Frö06] Fröhlich, T.: *Temperaturkompensation von Präzisionsmeßgeräten*. Habilitationsschrift. Technische Universität Ilmenau, 2006.
- [Frö15] Fröhlich, T., Hohmann, M. und Schalles, M.: „Calibration Bench for Heat Flux Sensors“. In: *Journal of Thermoelectricity*, Nr. 1 (2015), S. 49–59.
- [Fut10] Future Technology Devices International Ltd: *USB to RS485 Serial Converter Cable*. 2010. URL: http://www.ftdichip.com/Support/Documents/DataSheets/Cables/DS_USB_RS485_CABLES.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [Gel06] Geller, W.: *Thermodynamik für Maschinenbauer: Grundlagen für die Praxis*. Berlin Heidelberg: Springer, 2006.
- [Gif10] Gifford, A. R. et al.: „Durable Heat Flux Sensor for Extreme Temperature and Heat Flux Environments“. In: *Journal of Thermophysics and Heat Transfer* Bd. 24, Nr. 1 (2010), S. 69–76.
- [Gos00] Goser, A.: *Entwurf und numerische Modellierung eines Temperatur-Blockkalibrators mit gegenüberliegenden Sensoren*. Dissertation. Universität GH-Essen, 2000.
- [gre15] greenTEG AG: *gSkin Heat Flux Sensors for R&D*. 2015. URL: http://shop.greenteg.com/wp-content/uploads/gSKIN_Heat-Flux-Sensors-RD_Datasheet_v3.14.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [Gri90] Grigull, U. und Sandner, H.: *Wärmeleitung*. Berlin u.a.: Springer, 1990.

- [Gro07] Grote, K.-H. und Feldhusen, J. (Hrsg.): *Dubbel. Taschenbuch für den Maschinenbau*. Berlin Heidelberg New York: Springer, 2007.
- [Gro09] Groth, C. und Müller, G.: *Temperaturfelder*. Bd. 3. FEM für Praktiker. Renningen: expert verlag, 2009.
- [Hoh14] Hohmann, M. et al.: „Calibration of heat flux sensors with small heat fluxes“. In: *Shaping the future by engineering : 58th IWK, Ilmenau Scientific Colloquium, Technische Universität Ilmenau* (2014).
- [Hoh15] Hohmann, M. et al.: „Dry Block Calibrator Using Heat Flux Sensors and an Adiabatic Shield“. In: *International Journal of Thermophysics* Bd. 36, Nr. 8 (2015), S. 2085–2098.
- [Hub97] Huber, W. M. et al.: „Transverse seebeck effect in $\text{Bi}_2\text{Sr}_2\text{CaCu}_2\text{O}_8$ “. In: *Applied Physics A: Materials Science & Processing* Bd. 64, Nr. 5 (1997), S. 487–489.
- [Huk15] Hukseflux Thermal Sensors: *HFP01 - Heat Flux Plate / Heat Flux Sensor*. 2015. URL: http://www.hukseflux.com/sites/default/files/product_brochure/HFP01%20v1003.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [Inc02] Incropera, F. P. und DeWitt, D. P.: *Introduction to Heat Transfer*. New York u.a.: John Wiley & Sons, 2002.
- [Int15] International Thermal Instruments Company, Inc.: *Thermal Flux Meter Specs*. 2015. URL: <http://www.thermalinstrumentcompany.com/products/heatfluxtransducers/standardthermalfluxmeters>. Stand: 30.05.2016.
- [Ise06] Isermann, R.: *Fault-Diagnosis Systems: An Introduction from Fault Detection to Fault Tolerance*. Berlin Heidelberg: Springer, 2006.
- [Ise11] Isermann, R. und Münchhof, M.: *Identification of Dynamic Systems*. Heidelberg u.a.: Springer, 2011.
- [Iso13] Isothermal Technology Ltd.: *Solutions for Primary & Secondary Laboratories*. 2013. URL: <http://www.isotech.co.uk/assets/uploads/isotech-calibration-1.pdf>. Stand: 30.05.2016.
- [Iso14] Isothermal Technology Ltd.: *Precision Thermometer milliK Datasheet*. 2014.

- [JCG08] JCGM Joint Committee for Guides in Metrology: *JCGM 100:2008 - Evaluation of measurement data - Guide to the expression of uncertainty in measurement*. 2008.
- [JCG12] JCGM Joint Committee for Guides in Metrology: *JCGM 200Guide : International vocabulary of metrology - Basic and general concepts and associated terms (VIM)*. 2012.
- [Jul14] Julabo: *Der Katalog für professionelles Temperieren*. 2014. URL: <http://www.julabo.de/sites/default/files/downloads/catalogue-flyer/deutsch/Julabo-KATALOG-2014.pdf>. Stand: 30.05.2016.
- [Kab06] Kabelac, S. (Hrsg.): *VDI-Wärmeatlas: Berechnungsblätter für den Wärmeübergang*. Berlin u.a.: Springer, 2006.
- [Kal60] Kalman, R. E.: „A New Approach to Linear Filtering and Prediction Problems“. In: *Transactions of the ASME - Journal of Basic Engineering* Bd. 82, Nr. D (1960), S. 35–45.
- [Key14] Keysight Technologies: *82357B User's Guide*. Santa Rosa, 2014.
- [Kim08] Kim, Y., Gam, K. S. und Yang, I.: „First measurement using three-in-one cell: a new design of the fixed-point cell for the calibration of thermometers“. In: *Metrologia* Bd. 45, Nr. 3 (2008).
- [Kni15] Kniel: *Primärschaltregler*. 2015. URL: <http://www.kniel.de/download/96161181.04.pdf>. Stand: 30.05.2016.
- [Kra11] Krapf, G., Schalles, M. und Fröhlich, T.: „Estimation of fixed-point temperatures - A practical approach“. In: *Measurement* Bd. 44, Nr. 2 (2011), S. 385–390.
- [Kya07] Kyarad, A.: *Thermoelektrische und Photovoltaische Effekte in Metall-Halbleiter Multilagenstrukturen*. Dissertation. Universität Regensburg, 2007.
- [Kya04] Kyarad, A. und Lengfellner, H.: „Al-Si multilayers: A synthetic material with large thermoelectric anisotropy“. In: *Applied Physics Letters* Bd. 85, Nr. 23 (2004), S. 5613–5615.

- [LAU12] LAUDA: *Der große LAUDA: Thermostate, Umlaufkühler, Wasserbäder 2012/2013*. 2012. URL: [http://lauda.de/hosting/lauda/website_de.nsf/urlnames/prosp_therm_2012_intro_d/%5C\\$file/GP_2012_Gesamt%5C%C3%5C%BCbersicht_Vorspann_web.pdf](http://lauda.de/hosting/lauda/website_de.nsf/urlnames/prosp_therm_2012_intro_d/%5C$file/GP_2012_Gesamt%5C%C3%5C%BCbersicht_Vorspann_web.pdf). Stand: 10.12.2015.
- [Len92] Lengfellner, H. et al.: „Giant voltages upon surface heating in normal YBa₂Cu₃O_{7-δ} films suggesting an atomic layer thermopile“. In: *Applied Physics Letters* Bd. 60, Nr. 4 (1992), S. 501–503.
- [Lie08] Lienhard, J. H. IV und Lienhard, J. H. V: *A Heat Transfer Textbook*. Cambridge, Massachusetts: Phlogiston Press, 2008.
- [Lju99] Ljung, L.: *System Identification - Theory for the user*. Upper Saddle River, New Jersey: Prentice Hall PTR, 1999.
- [Lju15] Ljung, L.: *System Identification Toolbox User's Guide*. Natick, Massachusetts: The MathWorks, Inc., 2015.
- [Lun05] Lunze, J.: *Regelungstechnik 1: Systemtheoretische Grundlagen, Analyse und Entwurf einschleifiger Regelungen*. Berlin Heidelberg New York: Springer, 2005.
- [Lun06] Lunze, J.: *Regelungstechnik 2: Mehrgrößenregelung, Digitale Regelung*. Berlin Heidelberg New York: Springer, 2006.
- [Lut07] Lutz, Holger und Wendt, Wolfgang: *Taschenbuch der Regelungstechnik: Mit MATLAB und Simulink*. Frankfurt am Main: Verlag Harri Deutsch, 2007.
- [Mad91] Madelung, O. und White, G. K. (Hrsg.): *Landolt-Börnstein: Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik: Gruppe III: Kristall- und Festkörperphysik*. Bd. 15. Metalle: Elektronische Transportphänomene, Teilband c: Wärmeleitfähigkeit von reinen Metallen und Legierungen. Berlin u.a.: Springer, 1991.
- [Mar15] Marin, S. et al.: „Einsatzblock mit einer Mehrfachfixpunktzelle für einen Temperatur-Blockkalibrator“. In: *Technisches Messen: tm* Bd. 82, Nr. 7/8 (2015), S. 402–410.

- [Mar16] MarketsandMarkets: *Temperature Sensors Market by Type (Thermistor, IC, RTD, Thermocouple, & Others), End User (Process Industry (Chemical, Oil & Gas, Power and Others) & Discrete Industry (Semiconductors, Automotive and Others)) and Geography - Global Forecast to 2022*. 2016. URL: <http://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/temperature-sensor-market-522.html>. Stand: 30.05.2016.
- [Mat05] Matus, M.: „Koeffizienten und Ausgleichsrechnung: Die Messunsicherheit nach GUM. Teil 1: Ausgleichsgeraden“. In: *Technisches Messen: tm* Bd. 72, Nr. 10 (2005), S. 584–591.
- [NIS15] NIST National Institute of Standards and Technology: *CODATA-Datenbank*. 2015. URL: <http://physics.nist.gov/cuu/Constants/>. Stand: 30.05.2016.
- [Ome12] Omega: *HFS-3 und HFS-4 Dünnschicht-Wärmeflussensoren*. Omega, 2012. URL: http://www.omega.de/temperature/pdf/HFS-3_HFS-4.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [Pat11] Patentschrift DE102008034361B4: *Vertikalgradient-Blockkalibrator-Korrektursystem und Verfahren hierfür*. Fluke Corporation, 2011.
- [Pat12] Patentschrift DE102012005414A1: *Verfahren zur automatischen Detektion einer Phasenumwandlung mit Energieumsatz*. Technische Universität Ilmenau, 2012.
- [Pat07] Patentschrift US2007291814A1: *Insert and/or Calibrator Block Formed Of Aluminum-Bronze Alloy, Temperature Calibration Device Using Same, And Method Of Use*. Fluke Corporation, 2007.
- [Pat10] Patentschrift WO2010040360A1: *A Calibration Apparatus*. Ametek Denmark, 2010.
- [Por00] Porter, D. A. und Easterling, K. E.: *Phase Transformations in Metals and Alloys*. Cheltenham: Stanley Thornes Ltd, 2000.
- [Pre90] Preston-Thomas, H.: „The International Temperature Scale of 1990 (ITS-90)“. In: *Metrologia* Bd. 27, Nr. 1 (1990), S. 3–10.
- [PTB14] PTB Physikalisch-Technische Bundesanstalt: *7.43 Grundlagen der Thermometrie*. 2014. URL: <http://www.ptb.de/cms/fachabteilungen/abt7/fb-74/ag-743.html>. Stand: 30.05.2016.

- [Rat12] Rath AG: *EVAC EVS 134 Datenblatt*. Wien, 2012.
- [RdF15] RdF: *HFS-A Heat Flux Sensors*. 2015. URL: http://www.rdfcorp.com/products/hflux/hfs-a_01.shtml. Stand: 30.05.2016.
- [Rei11] Reitmaier, C., Walther, F. und Lengfellner, H.: „Power generation by the transverse Seebeck effect in Pb–Bi₂Te₃ multilayers“. In: *Applied Physics A: Materials Science & Processing* Bd. 105, Nr. 2 (2011), S. 347–349.
- [Sch09] Schalles, M.: *Dreifach-Fixpunktstrahler zur Kalibrierung von Strahlungsthermometern*. Dissertation. Technische Universität Ilmenau, 2009.
- [Sei09] Seidel, H.-U. und Wagner, E.: *Allgemeine Elektrotechnik 1*. Ilmenau: Unicopy Campus Edition, 2009.
- [Seq15] Sequoia Technology: *Flat Plate Heat Flux Sensors*. 2015. URL: <http://www.sequoia.co.uk/product.php?id=590>. Stand: 30.05.2016.
- [Sik16] Sika: *Temperaturkalibratoren*. 2016. URL: <http://www.sika.net/services/downloads/send/5%22=kataloge%22=test%22=und%22=kalibriertechnik/19%22=kapitel%22=temperaturkalibratoren.html>. Stand: 30.05.2016.
- [Ste85] Stephan, K. und Laesecke, A.: „The Thermal Conductivity of Fluid Air“. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data* Bd. 14, Nr. 1 (1985), S. 227–234.
- [Stö10] Stöcker, H.: *Taschenbuch der Physik*. Frankfurt am Main: Verlag Harri Deutsch, 2010.
- [Tat90] Tate, K. L. et al.: „Transient laser-induced voltages in room-temperature films of YBa₂Cu₃O_{7-x}“. In: *Journal of Applied Physics* Bd. 67, Nr. 9 (1990), S. 4375–4376.
- [Tex92] Texas Instruments: *Precision Instrumentation Amplifier*. 1992. URL: <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/ina114.pdf>. Stand: 30.05.2016.
- [Vat15] Vatel Corporation: *Heat Flux Microsensors*. 2015. URL: <http://vatell.com/node/5>. Stand: 30.05.2016.
- [Ver98] Verein Deutscher Ingenieure: *VDI/VDE Richtlinie 2225 Blatt 3: Konstruktionsmethodik – Technisch-wirtschaftliches Konstruieren – Technisch-wirtschaftliche Bewertung*. 1998.

- [Vit07] Vitron: *Spanend bearbeitbare Glaskeramik VITRONIT - Technische Daten*. 2007. URL: <http://www.vitron.de/spanend-bearbeitbare-Keramik/Daten-Glaskeramik.php>. Stand: 30.05.2016.
- [Wer89] Wernstedt, J.: *Experimentelle Prozeßanalyse*. Berlin: VEB Verlag Technik, 1989.
- [Wun11] Wuntronic: *High Temperature Heat Flux Sensors*. 2011. URL: http://www.wuntronic.com/products/uploads/High_Temperature_heat_flow_eng.pdf. Stand: 30.05.2016.
- [You96] Youbin, P., Vrancic, D. und Hanus, R.: „Anti-Windup, Bumpless, and Conditioned Transfer Techniques for PID Controllers“. In: *IEEE Control Systems Magazine* Bd. 16, Nr. 4 (1996), S. 48–57.